

Consejo Superior de Investigaciones Científicas

PROCESOS DE IMANACIÓN EN LA
NANOESCALA
MEDIANTE
MICROSCOPIA DE FUERZAS
MAGNÉTICAS

TESIS DOCTORAL
propuesta para optar al grado de
Doctor en Ciencias Físicas

MIRIAM JAAFAR RUIZ - CASTELLANOS

Directora de tesis: Agustina Asenjo Barahona

Tutor: Julio Gómez Herrero



ÍNDICE GENERAL

Agradecimientos

1-	INTRODUCCIÓN	1
1.1-	Nanociencia: magnetismo en la nanoescala	3
1.1.1	Motivación	3
1.1.2	Estado del arte	5
1.2-	Física de los materiales magnéticos	8
1.2.1	Ferromagnetismo	8
1.2.2	Balance energético	10
1.2.3	Estructuras Multidominio y Monodominio: Inversión de la Imanación	12
i)	Sistemas multidominio: desplazamiento de paredes	13
ii)	Sistemas monodominio: rotación de la imanación	14
1.3-	Técnicas de caracterización	15
1.4-	Referencias	18
2-	DESARROLLO INSTRUMENTAL: MFM CON CAMPO APLICADO	21
2.1-	Introducción	23
2.2-	Microscopía de Fuerzas	24
2.2.1	Instrumentación	25
i)	El detector de Fuerzas	25
ii)	El sistema de detección: la cabeza del SFM	27
iii)	El sistema de barrido	28
iv)	Unidad de control	29
v)	Sistema antivibratorio	30
2.2.2	Modos de medida	30
2.2.2.a	Modo Contacto	32
2.2.2.b	Modos Dinámicos	32

i)	Ecuaciones de amplitud y desfase	33
ii)	PLL: Phase Lock Loop	36
2.2.2.c	Modos 3D	37
2.3-	Microscopía de Fuerzas Magnéticas	39
2.3.1	Fundamentos	40
2.4-	Desarrollo Instrumental	46
2.4.1	Sistemas experimentales para aplicar campos axiales	47
2.4.1.a	Campo axial en forma de pulsos	48
i)	Descripción	48
ii)	Calibración	48
2.4.1.b	Campo axial en modo continuo.	50
i)	Descripción	50
ii)	Calibración	51
iii)	Ensayos de estabilidad	53
2.4.2	Sistema experimental para aplicar campos en el plano	55
i)	Descripción	55
ii)	Calibración.	56
iii)	Ensayos de estabilidad	58
2.5-	Conclusiones	59
2.6-	Referencias	60
3-	PUNTAS MAGNÉTICAS	63
3.1-	Introducción	65
3.2-	Modelos de interacción punta - muestra	67
3.2.1	Caso General.	68
3.2.2	Aproximación tipo Dipolo	69
3.2.3	Aproximación tipo Monopolo	70
3.3-	Análisis de puntas comerciales	72
3.3.1	Datos técnicos. Muestra de referencia	72
i)	Características geométricas de las puntas	72
ii)	Características de los recubrimientos magnéticos	75
iii)	MFM en disco duro comercial: Caracterización de la muestra de referencia	77
3.3.2	Caracterización <i>in situ</i> mediante imágenes de MFM.	79
i)	Eje fácil de las puntas (campo aplicado en la dirección axial)	81

ii)	Eje difícil de las puntas (campo aplicado en el plano)	86
3.3.3	Ciclos de histéresis obtenidos con los modos 3D	88
3.3.4	Estimación de los campos creados por las puntas	93
3.4-	Puntas fabricadas por <i>sputtering</i>	99
3.4.1	Deposición a presión y cantidad de material variable. Tiempo constante	99
3.4.2	Deposición a presión y tiempo variable. Cantidad de material constante	103
3.4.3	Deposición a tiempo y cantidad de material variable. Presión constante	107
3.5-	Conclusiones	110
3.6-	Anexo Tablas	111
3.7-	Referencias	112
4-	LÁMINAS DELGADAS DE FePt IRRADIADAS	115
4.1-	Introducción	117
4.2-	Características generales. Proceso de irradiación	118
4.2.1	Muestra de partida	118
i)	Caracterización estructural	119
ii)	Caracterización magnética	120
4.2.2	Proceso de irradiación	121
4.3-	Cambios inducidos en función del tipo de ión empleado	122
4.3.1	Cambios estructurales	123
4.3.2	Cambios en las propiedades magnéticas	124
i)	Cambios en los ciclos de histéresis	124
ii)	Imágenes de la estructura de dominios	126
4.4-	Diferencias en función del tipo de máscara	129
4.5-	Cambios inducidos en función de la dosis.	131
4.5.1	Proceso de irradiación: cambios estructurales	132
4.5.2	Evolución en las propiedades magnéticas en función de la dosis	133
4.5.3	Cambios observados en función de la dirección de aplicación del campo.	137
i)	Estudios en función de la historia magnética previa	137
ii)	Procesos de inversión de la imanación	139
iii)	Evolución de la coercitividad con la dirección del campo aplicado	142
4.6-	Conclusiones.	145
4.7-	Referencias.	146

5-	NANOHILOS MAGNÉTICOS	149
5.1-	Introducción	151
5.2-	Fabricación y características de las muestras	152
5.2.1	Procesos de fabricación de las plantillas	152
5.2.2	Crecimiento de arreglos de nanohilos magnéticos.	155
5.2.3	Propiedades estructurales y magnéticas de los arreglos de nanohilos	156
5.3-	Nanohilos de 180 nm de diámetro	159
5.3.1	Reconstrucción del ciclo de histéresis mediante imágenes de MFM	160
5.3.2	Modelo fenomenológico	165
5.3.3	Imágenes de MFM con campo continuo	166
5.3.4	Ciclos mediante los modos 3D	170
5.4-	Nanohilos de 35 nm de diámetro	171
5.4.1	Inversión de la imanación con campo en forma de pulsos.	171
5.4.2	Inversión de la imanación con campo continuo	174
5.4.3	Nanolitografía magnética.	175
5.5-	Conclusiones	179
5.6-	Referencias	180
6-	PROCESOS DE IMANACIÓN EN NANOESTRUCTURAS DE Ni	183
6.1-	Introducción	185
6.2-	Análisis del estado de vórtice	187
6.3-	Fabricación y caracterización por microscopía de fuerzas. Modos de medida	190
6.3.1	Preparación de las nanoestructuras	190
6.3.2	Elección del tipo de punta.	193
6.4-	Caracterización magnética: influencia de la geometría	195
6.4.1	Estructuras circulares	196
i)	Medidas en remanencia	196
ii)	Medidas con campo aplicado.	198
6.4.2	Estructuras cuadradas y triangulares	200
i)	Medidas en remanencia	201
ii)	Medidas con campo aplicado.	203
6.5-	Control de la quiralidad y la polaridad del vórtice con la historia magnética.	206
6.6-	Conclusiones	208
6.7-	Referencias	210

7-	CONCLUSIONES. NUEVAS LÍNEAS DE TRABAJO.	213
7.1-	Conclusiones finales	215
7.2-	Nuevas líneas de investigación abiertas	217
7.2.1	Disipación de origen magnético mediante MFM.	217
i)	Muestra empleada. Descripción del Experimento	218
ii)	Cálculo de la potencia disipada	219
7.2.2	Otros proyectos	222
i)	Propiedades de transporte	222
ii)	MFM en alto vacío.	223
7.3-	Referencias	224
	APÉNDICE 1: TÉCNICAS EXPERIMENTALES	225
	Publicaciones	227

1- Introducción

1.1- Nanociencia: magnetismo en la Nanoescala

1.1.1 Motivación

1.1.2 Estado del arte

1.2- Física de los materiales magnéticos

1.2.1 Ferromagnetismo

1.2.2 Balance energético

1.2.3 Estructuras Multidominio y Monodominio

1.2.4 Inversión de la Imanación

1.3- Técnicas de caracterización

1.4- Referencias

1.1- Nanociencia: magnetismo en la nanoescala

1.1.1 Motivación

La nanociencia y la nanotecnología han irrumpido con fuerza en los últimos años como uno de los pilares de la investigación actual no sólo desde el punto de vista fundamental sino también aplicado habiendo comenzado ya sus primeros desarrollos comerciales en numerosos y variados sectores tales como medicina, electrónica, automoción, cosmética, etc. Y es que ahí radica uno de los valores de la nanotecnología, la multidisciplinaridad que la convierte en la nueva revolución industrial que se viene llevando a cabo en los últimos treinta años. El avance de la nanotecnología ha sido posibles gracias principalmente a las nuevas técnicas que permiten fabricar, moldear y caracterizar la materia a escala atómica y molecular. Este control permite acceder a nuevas propiedades que sólo se manifiestan a escala nanométrica ya que las dimensiones de las nuevos elementos serán del orden o menores que las longitudes características del transporte, del magnetismo, de las propiedades ópticas etc.

Aún queda mucho desarrollo y esfuerzo sobre todo en investigación básica para poder aprovechar todo el potencial de la nanotecnología. Uno de los pasos será avanzar en los procesos de fabricación de estas estructuras. En la Figura 1.1 se muestra un esquema de la escala de tamaños y las dos aproximaciones de fabricación, denominadas como “*top - down*” (de arriba abajo) y “*bottom- up*” (de abajo hacia arriba)

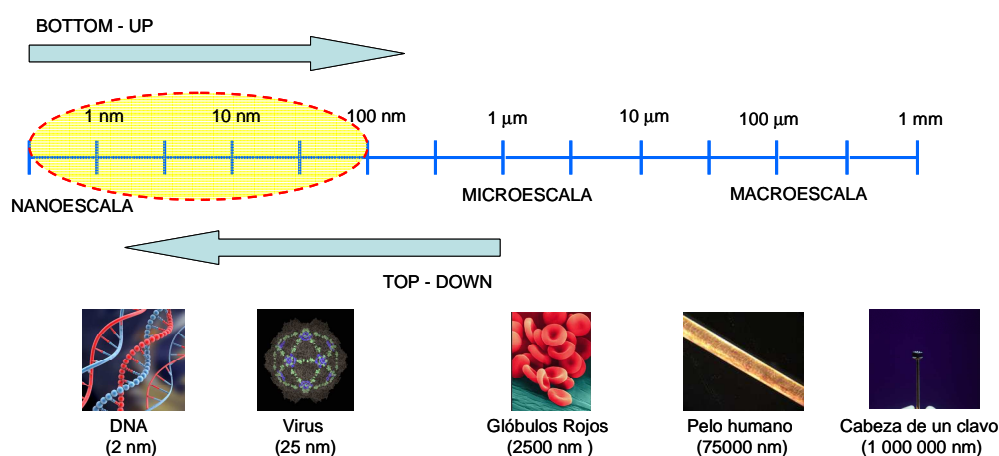


Figura 1.1- Esquema de la escala de tamaños junto con las aproximaciones de fabricación que se suelen emplear en cada caso.

Las técnicas “*top – down*” (de arriba abajo) son las más empleadas actualmente en la industria. Se basan en la manipulación física de los materiales en volumen, y engloba técnicas como la litografía por haz de iones, electrones, rayos x, etc. Este tipo de técnicas ha tenido un gran éxito en la fabricación de materiales en la nanoescala, pero no obstante, tiene limitaciones importantes, tales como el límite de tamaño de las estructuras que se pueden fabricar y su elevado coste. Por ello se presentan como alternativa los procesos “*bottom- up*” (de abajo hacia arriba) que se basan esencialmente en el ensamblaje y la auto – organización de elementos estructurales elementales mediante procesos químicos. Actualmente hay procesos que combinan ambas estrategias con lo que no es trivial ni necesario separar ambos tipos de técnicas de fabricación. A lo largo de la presente memoria se van a mostrar ejemplos de materiales nanoestructurados fabricados tanto por técnicas “*bottom- up*” (Capítulo 5) como “*top – down*” (Capítulo 6).

De todos los campos que abarca la nanociencia, el nanomagnetismo es, sin duda, uno de los más relevantes. El origen del magnetismo se remonta miles de años. Desde la antigüedad se ha conocido la existencia de unos objetos denominados *imanes*; durante muchos siglos se han diseñado aplicaciones encaminadas a aprovechar esta propiedad de ciertos materiales y que van desde la brújula hasta los soportes de grabación magnética. Los dispositivos electrónicos actuales están basados en mayor o menor medida en la carga del electrón que se conoce desde finales del siglo XIX. Recientemente se están desarrollando sistemas basados en la orientación selectiva de spines, dando comienzo a lo que se conoce como spintrónica. Además de las aplicaciones, el nanomagnetismo tiene gran interés desde un punto de vista fundamental. Numerosos fenómenos asociados con la baja dimensionalidad surgen en este campo y su entendimiento y control serán fundamentales para el desarrollo tecnológico en aplicaciones variadas como grabación magnética, sensores, biomagnetismo, etc.

Por ello, es necesario contar, no sólo con técnicas de fabricación que permitan obtener este tipo de nanoestructuras sino también se necesitan técnicas de caracterización con la resolución espacial y temporal adecuada así como la sensibilidad necesaria para estudiar los procesos en la nanoescala.

En este sentido, las microscopías de campo cercano en general y, en concreto, el microscopio de fuerzas magnéticas será una herramienta única por su versatilidad, alta resolución y sensibilidad para el estudio del magnetismo en la nanoescala.

En particular, la puesta a punto durante el desarrollo de esta tesis de un microscopio de fuerzas magnéticas con campo aplicado en dos direcciones de forma continua (sistema único en España en la actualidad) (*Capítulos 2 y 3*) nos ha permitido estudiar las propiedades magnéticas y los procesos de imanación en diferentes sistemas estructurados, comenzando en sistemas bidimensionales, 2D, tipo láminas delgadas (*Capítulo 4*) pasando por sistemas unidimensionales, 1D, como pueden ser nanohilos (*Capítulo 5*) y nanoestructuras aisladas (*Capítulo 6*) hasta llegar a estudiar procesos que abarcan unos pocos spines . En este capítulo, se va a querer dar una visión general de los conceptos de magnetismo que van a aparecer a lo largo de esta tesis así como una idea global del estado del arte; no obstante en cada capítulo se profundizará sobre cada tema en particular.

1.1.2 Estado del arte

La grabación magnética, inventada hace casi 100 años, ha jugado un papel clave en el desarrollo de dispositivos no volátiles de almacenamiento de información (audio, video o datos). Desde el primer disco duro del mercado diseñado por IBM en 1956, cuya capacidad era de 2 kbits /in², hasta la actualidad, la capacidad de información, es decir, el número de bits por pulgada cuadrada ha aumentado de manera drástica (Figura 1.2); durante el año 2008 se ha “inaugurado” la era del *terabyte*, pudiéndose adquirir en el mercado discos duros con dicha capacidad.

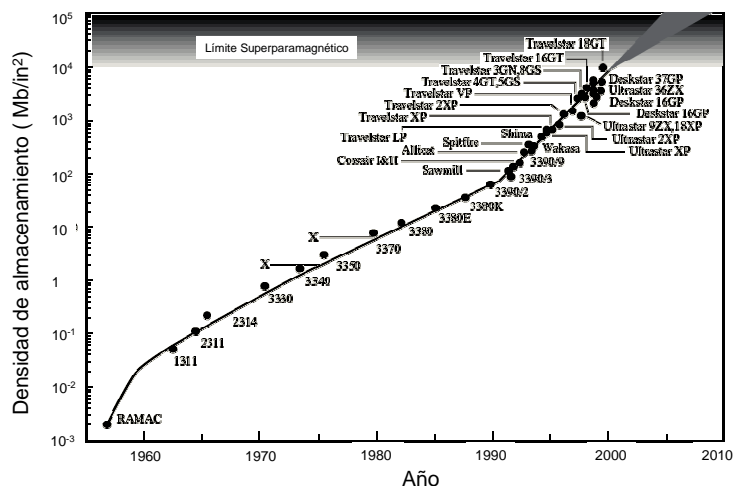


Figura 1.2 Evolución de la densidad de almacenamiento de datos (fuente [Thomson 00]).

Esta gran evolución ha sido posible gracias a la investigación desarrollada en diversos campos. Cabe destacar el descubrimiento del fenómeno de la magnetorresistencia gigante por A. Fert [Baibich 88] y P. Grünberg [Binasch 89] distinguidos con el Premio

Nobel de Física del año 2007; las válvulas de spin [Miles 96] o, las uniones túnel magnéticas, base de las MRAM (Magnetic Random Access Memory) [Gallagher 06].

Los medios de grabación convencionales están basados en películas delgadas magnéticas granuladas depositadas sobre sustratos de vidrio o de aluminio. Los materiales más usados están basados en aleaciones de Co (con estructura hcp) en combinación con Pt, Cr, B y Ta. La anisotropía magnética viene determinada por el eje c de la estructura hexagonal, es decir, en el plano de la película. Los granos tienen diámetros típicos de unos 10 nm y cada uno de ellos se comporta como un monodominio siendo necesaria la contribución de varios de ellos para formar un bit (Figura 1.3, medios convencionales). Se necesita una buena relación señal – ruido, alta coercitividad y estabilidad térmica. Por ello, si se trata de minimizar el volumen de los granos al máximo se alcanza lo que se conoce como “límite superparamagnético” que ocasionaría la pérdida de la información almacenada. Este efecto se produce cuando el tamaño de las partículas magnéticas es tan pequeño que las fluctuaciones térmicas provocan la reinversión de la imanación de forma espontánea [Braun 94].

Por ello, una de las alternativas a los medios de grabación longitudinales son los medios de grabación perpendiculares en los que cada bit se corresponde con una única partícula o estructura con anisotropía fuera de plano de manera que se comporte como un monodominio magnético (Figura 1.3, medios nanoestructurados)

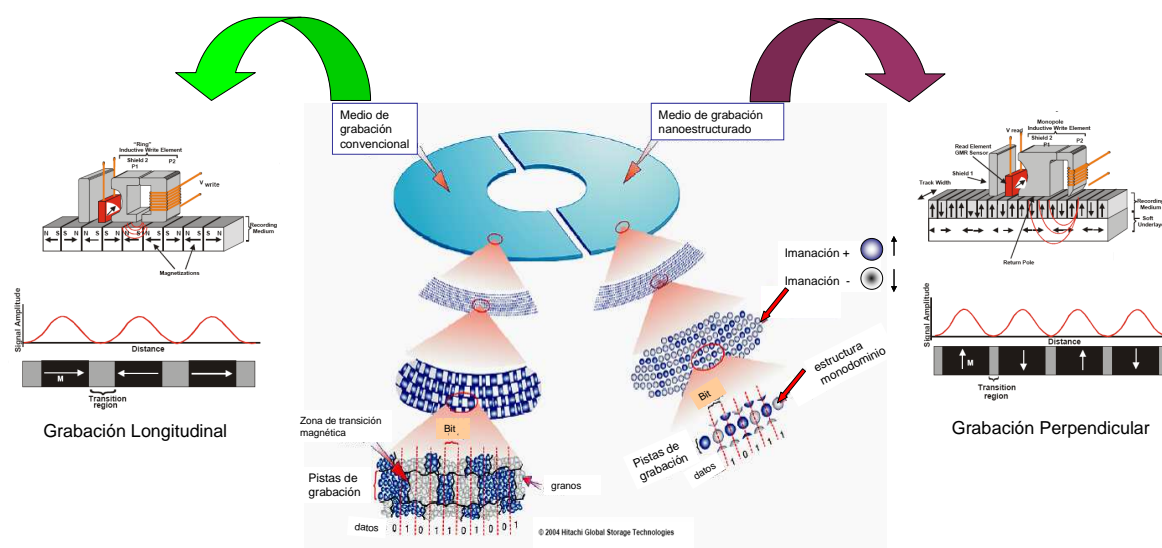


Figura 1.3 Representación esquemática de los medios de grabación convencionales (longitudinal) y nanoestructurados (perpendicular). (Fuente [Hitachi])

En este sentido se está trabajando en diseñar nuevos sistemas que permitan aumentar la capacidad de información. En el trabajo de Terris y Thomson [Terris 05] se hace una

exhaustiva revisión de las distintas alternativas propuestas para fabricar este tipo de estructuras, entre las cuales destacan las técnicas litográficas, los métodos de auto – organización y auto – ensamblaje o los procesos de réplica- antirréplica. Para el estudio de este tipo de estructuras el microscopio de fuerzas se presenta como una de las herramientas más útiles desde el punto de vista no sólo de caracterización, sino también de manipulación (ver como ejemplo el trabajo de Vettinger y colaboradores para IBM donde se describe un prototipo de chip con múltiples puntas de AFM denominado “*millipede*” [Vettinger 00]). Obviamente este tipo de sistemas todavía presenta problemas tales como por ejemplo, la interacción entre los bits adyacentes o la distribución de campos correctivos (*SFD, swithcing field distribution*). Por ello es necesario seguir investigando en los fundamentos físicos de estos sistemas.

Otros campos sobre los que se está trabajando actualmente son memorias magnéticas basadas en el desplazamiento de paredes de dominio; podemos destacar los trabajos de Cowburn y colaboradores [Allwood 05] o más recientemente los de Parkin [Parkin 08] y Hayashi [Hayashi 07] donde se controla el movimiento de paredes de dominios en nanohilos magnéticos con pulsos de corriente polarizada en spin siendo prometedor su uso como *racetrack memories*. De nuevo el MFM vuelve a ser una herramienta de gran utilidad para la caracterización de estos dispositivos, aportando una información valiosa para un mejor entendimiento de los procesos de imanación y de formación y desplazamiento de las paredes en este tipo de dispositivos.

En el campo de las nanoestructuras magnéticas además existe otra línea de investigación abierta basada en el control de los estados de vórtice como se estudiará en detalle en el *Capítulo 6*. Se trata de otra clara alternativa a la grabación perpendicular al poder minimizarse los problemas de interacción magnetostática [Shinjo 00]. Un estado de vórtice magnético está caracterizado por dos parámetros: la polaridad del *core* y la *quiralidad*. Se está trabajando en controlar ambos aspectos en diferentes tipos de estructuras por ejemplo en discos circulares [Gaidei 08], anillos [Jung 06], o más recientemente en nanohilos [Moriya 08] a través de pulsos de corriente polarizada en spin. Más allá aún, en el trabajo de Bode y colaboradores [Bode 08, se estudia la *quiralidad* de una capa monoatómica de manganeso sobre tungsteno mediante microscopía túnel polarizada en spin. No obstante, la grabación magnética no es la única aplicación que presenten los nanomateriales magnéticos. Las nanopartículas magnéticas están siendo muy estudiadas para cuestiones relacionadas con la biología y medicina [Pankhurst 03] o en temas de almacenamiento [Ciria 07] y, en el campo de los

sensores, las propiedades magnéticas en la micro y nanoescala están aportando valiosa información [Vázquez 09].

Pero obviamente, las aplicaciones y la comercialización de estos dispositivos sólo llegará a producirse si se tiene un gran control sobre la fabricación, la caracterización y el entendimiento de los procesos que tienen lugar la nanoescala. Con esta idea se ha llevado a cabo esta tesis. Se han estudiado diferentes sistemas magnéticos gracias fundamentalmente a la puesta a punto del VF- MFM que nos ha permitido estudiar desde procesos de imanación en varias μm hasta unos pocos spines.

1.2- Física de los materiales magnéticos

En este apartado se comentarán los aspectos más generales sobre el comportamiento magnético de los materiales centrándonos en el caso particular del magnetismo en la nanoescala. [Hernando 01]; [Kittel 49]; [Cullity 72]

1.2.1 Ferromagnetismo

El ferromagnetismo es una propiedad que aparece sólo en determinados elementos (Fe, Co, Ni, Gd, Dy, Tb, Ho, Er y Tm) basada en un fenómeno cooperativo por el cual los momentos atómicos permanentes se acoplan entre sí como consecuencia de la *interacción de canje* entre los mismos. Este efecto desaparece a temperaturas superiores a un valor crítico, propio de cada material, denominado temperatura de Curie. La propiedad más importante que distingue a los materiales ferromagnéticos es la de presentar imanación incluso en ausencia de campo exterior. Otra diferencia es que estos materiales pueden imanarse a saturación alcanzando la imanación M valores del orden de $n\mu_B$ siendo n el número de átomos por unidad de volumen*. Por otra parte, en presencia de un campo externo aplicado H , los materiales ferromagnéticos presentan un *ciclo de histéresis* (Figura 1.4). La geometría de este ciclo es muy importante para numerosas aplicaciones: los materiales de ciclo ancho se conocen como magnéticamente duros y sobre todo se utilizan en almacenamiento de energía o de información; los materiales que presentan un ciclo estrecho, denominados magnéticamente blandos se suelen emplear como sensores o en generadores, transformadores, etc.

* μ_B es el magnetón de Bohr constante cuyo valor es de $9.27 \cdot 10^{-24} \text{ JT}^{-1}$

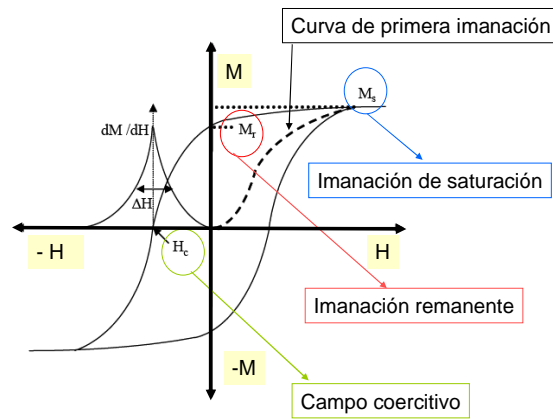


Figura 1.4- Curva de histéresis de un material ferromagnético con los parámetros más relevantes.

La imanación en este tipo de materiales depende de la historia magnética previa. Weiss, en 1907, postuló la existencia de regiones denominadas "*dominios magnéticos*" donde la imanación es uniforme. Se crean por la existencia de un campo interno en dichos materiales conocido como *campo molecular*. El concepto de dominio magnético tuvo su primera evidencia experimental en 1919 por Barkhausen[†]. En cada dominio los momentos magnéticos están paralelamente alineados mientras que entre dos dominios la dirección de imanación es diferente. Como se muestra en la Figura 1.5.a la separación entre dos dominios no es abrupta ya que energéticamente no es favorable mantener dos átomos juntos de un material ferromagnético con la imanación antiparalela, sino que la transición está formada por las denominadas *paredes de dominios*, donde la imanación va girando progresivamente. Las paredes de dominio pueden ser de diferentes tipos y, como veremos más adelante, su formación tiene que ser energéticamente favorable para que se produzca. Como se puede apreciar en la Figura 1.5.b en el estado desimanado de un material ferromagnético la imanación total del sistema es cero ya que los momentos netos de los distintos dominios se compensan entre sí. En presencia de un campo aplicado pueden surgir varios mecanismos: el primero de ellos consiste en el desplazamiento de paredes, tal y como se puede observar en la Figura 1.5.c, aumentando el tamaño de los dominios orientados paralelos al campo aplicado y disminuyendo el tamaño de los demás o bien, la rotación de cada dominio hasta orientarse paralelo al campo externo (Figura 1.5.d). El

[†] Su experimento consistió en amplificar el voltaje inducido en una bobina secundaria en torno a una muestra ferromagnética durante el proceso de imanación de dicha muestra. El ruido característico escuchado fue atribuido a cambios en la orientación de la imanación en cada dominio. Posteriormente se descubrió que el principal fenómeno causante de los denominados "Saltos Barkhausen" se debe al desplazamiento de una frontera de dominio.

mecanismo predominante en cada caso dependerá de cuestiones energéticas, en general a campos débiles es habitual que se produzca el primero de ellos.

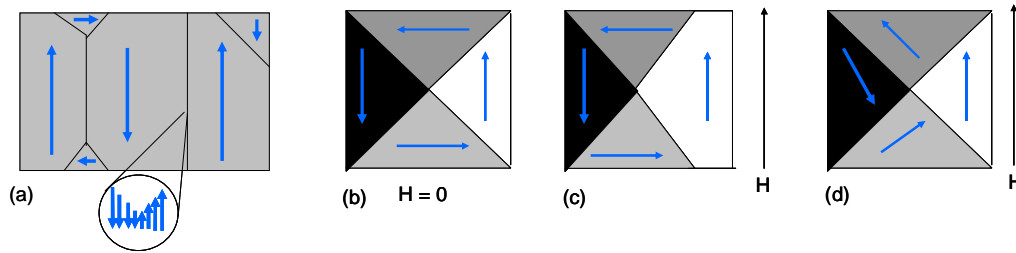


Figura 1.5 (a) Esquema de un material separado en dominios magnéticos; en la pared de dominio el cambio de la imanación no es abrupto sino discontinuo. (b) Esquema del estado desimanado de un material ferromagnético, a campo cero. A campo distinto de cero, se representan los diferentes mecanismos de inversión de la imanación: (c) desplazamiento de paredes y aumento de los dominios orientados paralelos al campo aplicado y (d) rotación de los dominios hasta orientar su imanación paralela al campo aplicado.

1.2.2 Balance energético

La anteriormente mencionada interacción de canje, responsable de la aparición del orden magnético no es la única contribución a la formación de los dominios magnéticos. Se establecerá un balance energético entre la energía *magnetostática*, la energía de canje y las *anisotropías* asociadas al sistema para determinar si es favorable la formación de dichos dominios y, en caso afirmativo, para establecer su tamaño y su forma. La anisotropía mide la energía requerida para imanar según ciertas direcciones, o, dicho de otro modo, mide la resistencia que opone el medio a que la imanación gire en él. La anisotropía es la propiedad clave, cuyo control permite, en principio diseñar y fabricar materiales óptimos para diferentes aplicaciones. Dentro de la anisotropía podemos distinguir contribuciones de origen atómico, originadas por la tendencia de la imanación a orientarse en determinadas direcciones cristalográficas (*anisotropía cristalina*) o bien contribuciones macroscópicas relacionadas con la forma externa de la muestra (*anisotropía de forma*). Esta componente de la anisotropía tiene especial relevancia en el estudio del magnetismo en nanohilos, nanoestructuras o láminas delgadas como se irá detallando a lo largo de esta memoria. Además también pueden encontrarse las denominadas *anisotropías inducidas* aplicando por ejemplo tensiones mecánicas o campos magnéticos durante el crecimiento de las muestras

A modo esquemático el proceso de minimización de energía por formación de dominios se muestra en la Figura 1.6. En la Figura 1.6.a, que se corresponde con un cristal con anisotropía uniáxica (un único eje de simetría externo), se han formado

polos magnéticos en superficie lo cual implica un alto valor de la energía magnetostática, Por ello será favorable formar dominios con N paredes continuándose la subdivisión hasta que la creación de una pared suponga una energía mayor que la reducción en la energía magnética (Figura 1.6.b.). Además de esto, suele ser frecuente la formación de otro tipo de dominios denominados *dominios de cierre* que evitan la formación de polos en superficie (Figura 1.6.c).

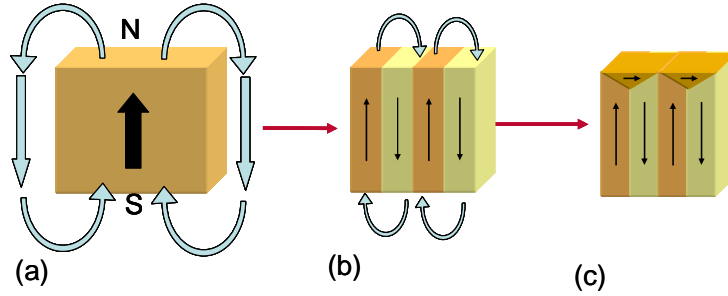


Figura 1.6 Esquema del proceso de minimización de energía por formación de dominios

Podemos definir varios parámetros claves para entender este proceso: la anchura de la pared, la densidad de energía de pared y la longitud de canje.

Para estimar la *anchura de una pared de dominio* hay que considerar que la energía total de dicha pared es la suma de la energía de canje y de la anisotropía, al minimizar dicha energía llegamos a

$$\delta = \pi \left(\frac{A}{k} \right)^{1/2} \quad (1.1)$$

siendo A el parámetro de canje y k la constante de anisotropía. Para los metales de transición ferromagnéticos el orden de magnitud del espesor de la frontera δ suele ser de unas decenas de nanómetros.

Otra longitud característica para definir esta misma propiedad física es la *longitud de correlación de canje*, L que se define como:

$$L = \left(\frac{A}{k} \right)^{1/2} \quad (1.2)$$

Esta magnitud describe de nuevo el espesor de la zona de transición entre dos orientaciones distintas de la imanación. En el caso del Ni que será uno de los elementos más empleado en esta tesis, la longitud de correlación de canje es de 5.5 nm. El otro factor a tener en cuenta es la *densidad de energía de pared*. Toda pared de dominio tiene una energía asociada debido al aumento de la energía de anisotropía y de canje que conlleva su formación. La expresión por unidad de superficie es:

$$\gamma = (Ak)^{1/2} \quad (1.3)$$

El orden de magnitud de la densidad de energía de canje para los metales de transición del grupo del hierro estará en torno a 10^{-4} Jm^{-2} .

1.2.3 Estructuras Multidominio y Monodominio: Inversión de la Imanación

Como ya se ha mencionado, una muestra ferromagnética imanada de forma uniforme en todo su volumen minimiza la energía de canje; si la dirección de imanación es un eje fácil también se minimiza la energía de anisotropía, ahora bien, la energía magnetoestática es elevada.

Resolviendo las ecuaciones para minimizar el balance energético se llega a la expresión de la dimensión mínima, L_D , requerida en una muestra con canje A y anisotropía k para que se formen dominios:

$$L_D = 2 \frac{(Ak)^{\frac{1}{2}}}{\mu_0 N_{des} M_s^2} \quad (1.4)$$

donde N_{des} es el factor desimanador que depende de la geometría de la muestra y M_s la imanación de saturación. Para el caso del Ni, la dimensión mínima para la formación de dominios L_D sería de 1.9 nm. No obstante, además del balance energético es necesario tener en cuenta que ninguna estructura o partícula con dimensiones iguales o menores al espesor de una pared será capaz de contener paredes. Por ello es más realista calcular el tamaño de una pared en cada caso. Por lo tanto, el límite de tamaño que separa la estructura multidominio de la monodominio es la *longitud de correlación de canje*, L que, según se vio en la expresión (1.2), en el caso del Ni es de unos 5.5 nm.

También puede darse el caso que tengamos una muestra sin anisotropía. Por ello, es preciso definir una nueva longitud característica, la longitud de canje, L_{ex} :

$$L_{ex} = \left(\frac{2A}{\mu_0 M_s^2} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (1.5)$$

En muestras con dimensiones inferiores a L_{ex} es favorable la configuración monodominio. En el caso del Ni, L_{ex} está estimado en 9.9 nm.

Por lo tanto, dadas las dimensiones nanométricas de estas longitudes características los conceptos que a escala macroscópica no suponían ninguna limitación en el campo de la nanociencia habrá que estudiar cada caso con detalle ya que entrarán en juego los efectos de dimensionalidad. En la Figura 1.7 se muestra a modo de esquema como según el tamaño (representado por s , número de spines) los procesos de imanación serán diferentes.

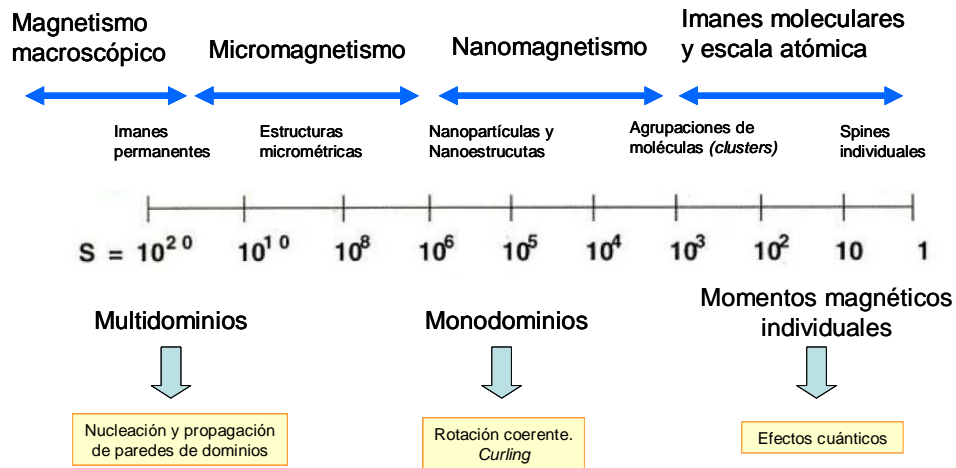


Figura 1.7 Esquema de los diferentes procesos de imitación en función del tamaño de las estructuras representado en unidades de s , número de spines.

Como se describe en la Figura 1.7 los sistemas monodominio el proceso de inversión de la imitación se producirá mediante rotación de momentos mientras que en los sistemas multidominios se produce mediante movimientos de paredes como se explicará en el siguiente apartado.

i) Sistemas multidominio: desplazamiento de paredes

En un material separado en dominios magnéticos el proceso de imitación tendrá lugar por corrimiento de paredes.

Existen diversos tipos de pared; en general se pueden agrupar en paredes tipo Bloch, aquella en la que los momentos magnéticos giran en el plano xz y tipo Nèel, si giran en el plano yz , suponiendo en ambos casos que los momentos de los dos dominios adyacentes se encuentran orientados en el eje z (Figura 1.8). La estructura de paredes magnéticas de un material está condicionada por su espesor. Así, para materiales de alto espesor con una anisotropía uniaxial en el plano, las paredes se muestran de tipo Bloch con la imitación en el centro girando en un plano perpendicular a la superficie mientras que para materiales con poco espesor, las paredes son de tipo Nèel con la imitación girando en un plano paralelo a la superficie. Sin embargo, la transición de un tipo a otro no es abrupta ni existe un espesor crítico para el cual siempre aparezcan paredes Bloch (B) o Nèel (N) sino que para un cierto rango de espesores las paredes presentan una estructura en la que hay zonas con un comportamiento tipo B y otras con tipo N. Este tipo de paredes se denomina *Cross Tie* y son típicas en materiales con

espesores de unas decenas de nm. Para una revisión completa de todos estos conceptos se puede acudir por ejemplo a [Hubert 98].

El desplazamiento ideal de la pared de tipo Bloch consiste en la rotación de los spines situados en el interior de la pared según esta se desplaza. Esto requiere mucha menos energía que la que necesitaría una rotación coherente de los spines del dominio orientado desfavorablemente.

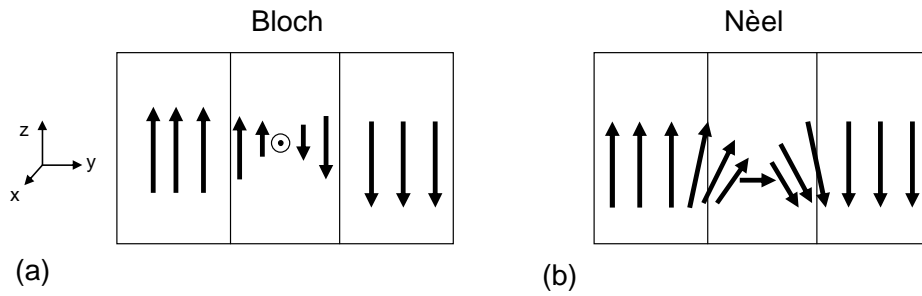


Figura 1.8 Representación de las paredes de dominio tipo (a) Bloch (giro en el plano xz) y (b) Néel (giro en el plano yz)

ii) **Sistemas monodominio: rotación de la imanación**

En sistemas monodominio, la inversión de la imanación se produce por mecanismos de rotación que se pueden clasificar en dos: rotación coherente o incoherente.

El mecanismo de rotación coherente está dominado por la energía de canje y se caracteriza porque los momentos magnéticos permanecen paralelos durante su rotación (Figura 1.9.c y d) dando lugar a una elevada anisotropía magnética. Este tipo de mecanismo está justificado, por ejemplo, en partículas muy pequeñas.

La inversión de la imanación también puede producirse por modos de rotación incoherentes, en la que no todos los momentos magnéticos permanecen paralelos durante el proceso. Cabe destacar que la barrera de energía necesaria para invertir la imanación por modos incoherentes es menor que cuando se trata de modos coherentes, lo que dará lugar a campos coercitivos menores. Dentro de los modos coherentes podemos encontrar la inversión tipo *curling* o *fanning*.

La característica principal del primer tipo (Figura 1.9.a y b) es que a mitad del proceso de inversión en cualquier sección transversal el flujo magnético es cerrado mientras que para la inversión de tipo *fanning* (Figura 1.9.e) se considera al sistema magnético compuesto por una cadena de esferas que al aplicar un campo externo cada vector de imanación rota en sentidos opuestos.

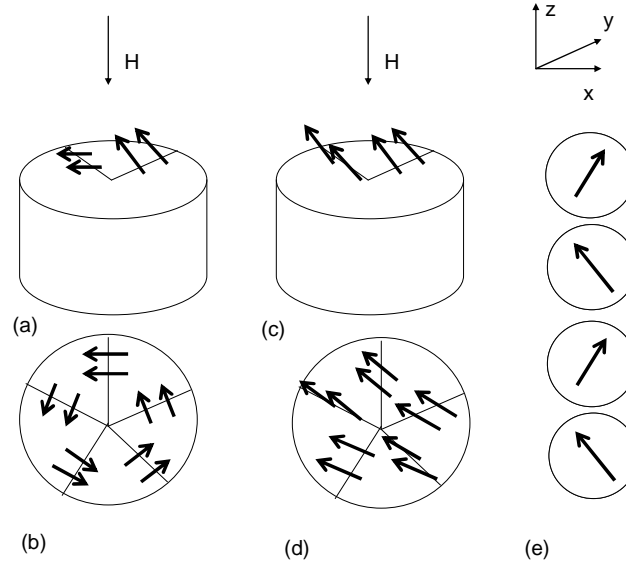


Figura 1.9 Modos de rotación de la imanación (a) y (b) *curling*; (c) y (d) coherente; (e) *fanning*. (b) y (d) son cortes transversales normales al eje z tras una rotación de los momentos magnéticos de 90° partiendo de la dirección z .

1.3- Técnicas de caracterización

En este apartado se va a hacer un breve repaso de algunas de las diferentes técnicas de caracterización magnéticas, centrándonos principalmente en las que se han usado en esta tesis.

Se pueden distinguir entre técnicas de volumen y técnicas de superficie. En el primer grupo encontramos básicamente los magnetómetros tipo SQUID (*Superconducting Quantum Interference Device*) y VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*). Aunque los fundamentos son diferentes en ambos casos, con ambos sistemas se van a poder medir ciclos de histéresis de las muestras en volumen. En esta tesis se ha empleado en varios de los capítulos el magnetómetro de muestra vibrante VSM para (ver Apéndice).

No obstante para el tipo de muestras que se van a estudiar en este trabajo en particular y, en general para las muestras nanoestructurados este tipo de magnetómetros no aportan toda la información necesaria para el conocimiento de los procesos de imanación en la nanoescala sino que sus medidas complementarán la información obtenida por otras técnicas, en particular técnicas de superficie. La clasificación de estas técnicas puede basarse en distintas propiedades tales como la resolución espacial, la información en profundidad, el tiempo de adquisición de cada imagen etc.

En la Tabla 1-1 se resumen las características de forma general de algunas de las técnicas de visualización de dominios más empleadas (se puede encontrar una descripción de todas ellas en [Hubert 98]). Como se puede ver, hay técnicas basadas en microscopías y otras que necesitan una gran infraestructura, sincrotrones, como son las técnicas de neutrones, rayos x blandos [Fischer 06], etc. con lo que su uso suele ser muy selectivo en cuanto al tipo de material que se puede estudiar por estos procesos.

Otras técnicas de gran interés por su altísima resolución son el SPLEEM (*spin-polarized low-energy electron microscopy*) [El Gabaly 06], o el microscopio de efecto túnel polarizado en spin (SP- STM) [Bode 03]; el problema aquí radica en su limitación en cuanto al tipo de muestras que se pueden estudiar.

Técnica	Tipo de señal	Preparación muestra	Resolución espacial	Contraste	Tipo de materiales	Campo externo	Inconvenientes
Magneto - ópticas	Luz polarizada	Baja rugosidad	200 nm	Paredes y dominios	K_{per} y K_{plano}	✓	resolución
Bitter	Distribución de coloides magnéticos	ninguna	100 nm	Paredes	Con alto stray field	✓	Ensucia la muestra
SEMPA	Electrones secundarios polarizados	Limpieza para alto vacío	50 nm	Dominios	K_{per} y K_{plano}	difícil	Limpieza
MFM	Densidad de cargas	ninguna	20 nm	Paredes y dominios	K_{per} y K_{plano}	✓	Interacción punta - muestra
Lorentz ME	F_{Lorentz}	Limpieza para ultra-alto- vacío	~ nm	dominios	K_{plano}	difícil	Preparación de la muestra
Rayos X	Rayos X polarizados	Limpieza; Adelgazamiento	10 nm	dominios	K_{per} y K_{plano}	✓	Sincrotrón

Tabla 1-1 Resumen de las distintas técnicas de caracterización de dominios magnéticos.

De entre todas las técnicas aquí expuestas, en esta tesis se ha empleado como técnica principal el microscopio de fuerzas magnéticas (MFM) tanto en remanencia como bajo

campos aplicados *in situ* gracias a la puesta a punto de un sistema de bobinas que nos permitirá aplicar campo constante durante la toma de imágenes. El MFM destaca por su alta resolución espacial, su sensibilidad, su versatilidad para el estudio de diferentes tipos de muestras y, gracias al sistema de aplicación de campo además nos permite visualizar procesos de imanación en escala nanométrica, algo que hace que sea la técnica más adecuada para el estudio de las muestras que se ha llevado a cabo durante esta tesis.

Las medidas de MFM se complementarán en todo caso con la visualización de la topografía (microscopia de fuerzas atómicas, AFM) y en la mayoría de los casos con medidas de volumen realizadas por VSM de tal forma que en la medida de lo posible se tendrá una información completa de los procesos de imanación de las nanoestructuras. La descripción del fundamento de esta técnica junto con los pasos dados para su puesta a punto está descrita en el *Capítulo 2*. Uno de los inconvenientes de esta técnica es la interacción entre la punta, que hace las funciones de sonda, y la estructura de dominios de la muestra a estudio. Con el fin de tener toda la información posible del comportamiento de las puntas empleadas a lo largo de esta tesis, en el *Capítulo 3*, se ha realizado un estudio exhaustivo del comportamiento de las puntas de MFM con campo aplicado, se ha estimado cuál es el valor del campo que crean sobre las muestras y se ha descrito el proceso de fabricación de recubrimientos magnéticos para puntas a la carta por *sputtering* que nos proporcionarán un amplio rango de características para diferentes aplicaciones

En el *Capítulo 4*, además, se ha empleado también, junto con las dos técnicas ya mencionadas, el microscopio de efecto Kerr (Ver Apéndice). La ventaja de esta técnica es, como veremos, que además de la visualización de dominios y de los procesos de imanación en las láminas delgadas, nos permite medir ciclos de histéresis de superficie *in situ* en zonas seleccionadas de la muestra. Ahora bien, dada su resolución (unos 500 nm en el equipo empleado) será necesaria la combinación de esta técnica con el VF-MFM para estudiar los procesos en la nanoescala. Junto con las medidas de volumen realizadas por VSM en este capítulo se presentará cómo la combinación de diferentes técnicas es, en ocasiones necesaria, para tener una visión completa de las propiedades magnéticas de los materiales.

1.4- Referencias

- [Allwood 05] D. A. Allwood, G. Xiong, C. C. Faulkner, D. Atkinson, D. Petit, R. P. Cowburn, *Science* **309** (2005)1688-1692
- [Baibich 88] M. N. Baibich , J. M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Etienne, G. Creuzet, A. Friederich, J. Chazelas, *Phys. Rev. Lett.* **61**, (1988) 2472 - 2475
- [Binasch 89] G. Binasch, P. Grünberg, F. Saurenbach, W. Zinn *Phys. Rev. B* **39**, (1989) 4828 - 4830
- [Bode 03] M Bode, *Rep. Prog. Phys.* **66** (2003) 523–582
- [Bode 08] M. Bode, M. Heide, K. von Bergmann, P. Ferriani, S. Heinze, G. Bihlmayer, A. Kubetzka, O. Pietzsch, S. Blügel, R. Wiesendanger, *Nature*, **447** (2007) 190-193
- [Braun 94] H.B.Braun, *Phys.Rev.B* **50**, (1994) 16501
- [Ciria 07] M. Ciria, J.I. Arnaudas, Y. Huttel, H. Gómez, A. Cebollada, G. Armelles, *J. Magn. Magn. Mat.* **316** (2007) e787–e790
- [Cullity 72] L.C. Cullity “Introduction to Magnetic Materials” Addison-Wesley, 1972.
- [El Gabaly 06] F. El Gabaly, S. Gallego, C.Muñoz, L. Szunyogh, P. Weinberger, C.Klein, A. K. Schmid, K. F. McCarty, J. de la Figuera, *Phys. Rev. Lett.* **96**, (2006)147202
- [Fischer 06] P. Fischer, D.H. Kim, W. Chao, J. A. Liddle, E. H. Anderson, D. T. Attwood , *Materials Today*, **9**, 1-2 (2006) 26
- [Gaidei 08] Y. Gaididei, D.D. Sheka, F.G.Mertens *App. Phys. Lett.* **92**, (2008) 012503
- [Gallagher 06] W. J. Gallagher, S. S. P. Parkin *IBM J. Res. Develop* **50**, 1 (2006) 5
- [Hayashi 07] M. Hayashi, L. Thomas, C. Rettner, R. Moriya, S.S. P. Parkin *Nature Physics* **3** (2007) 21 - 25
- [Hernando 01] A. Hernando, J. Rojo. “Física de los Materiales Magnéticos”. Síntesis 2001
- [Hitachi] Hitachi Global Storage Technologies: <http://www.hitachigst.com>
- [Hubert 98]A. Hubert, R. Schäfer “Magnetic Domains” Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1998
- [Jung 06] W. Jung, F.J. Castaño, C. Ross, *Phys. Rev. Lett* **97**, (2006) 247209.
- [Kittel 49] C. Kittel, *Revs.Mod.Phys.* **21** (1949) 541
- [Miles 96] J.J. Miles, M.R. Parker *IEEE Trans. on Magnetics* **32**, **5** (1996), 4597
- [Moriya 08] R. Moriya, L. Thomas, M. Hayashi, Y. B. Bazaliy, C. Rettner, S. S. P. Parkin *Nature Physics* **4** (2008) 368 – 372
- [Pankhurst 03] Q. A. Pankhurst, J. Connolly, S. K. Jones, J .Dobson, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **36** (2003) R167–R181
- [Parkin 08] S. S. P. Parkin, M.Hayashi, L. Thomas *Science* 2008 vol **320** 190
- [Shinjo 00] T. Shinjo, T. Okuno, R. Hassdorf, K. Shigeto, and T. Ono, *Science* **289**, (2000), 930
- [Terris 05] B.D. Terris, T.Thomson, *J. Phys. : Appl. Phys* **38** (2005) R199- R222
- [Thomson 00] D. A. Thompson, J. S. Best *IBM J. Res. Develop* **44**, 3 (2000) 311

[Vázquez 09] M. Vázquez, A. Asenjo, M.P. Morales, K.R. Pirota, G. Badini-Confalonieri, and M. Hernández-Vélez, "Sensors based on nanostructured materials". Capítulo 7. Springer Science Business Media (2009)

[Vettinger 00] P. Vettinger, M. Despont, U. Drechsler, U. Dürig, W. Häberle, M. I. Lutwyche, H. E. Rothuizen, R. Stutz, R. Widmer, G. K. Binnig *IBM J. Res. Develop.* **44**, (2000) 3

2- DESARROLLO INSTRUMENTAL: MFM CON CAMPO APLICADO

2.1- Introducción

2.2- Fundamentos de la Microscopía de Fuerzas

2.2.1 Instrumentación

2.2.2 Modos de medida

2.3- Microscopía de Fuerzas Magnéticas

2.3.1 Fundamentos

2.3.2 Interpretación de las imágenes

2.4- Desarrollo Instrumental

2.4.1 Sistemas experimentales para aplicar campos axiales

2.4.2 Sistema experimental para aplicar campos en el plano

2.5- Conclusiones

2.6- Referencias

2.1- Introducción

La visión clásica que se tiene de un microscopio es la de un instrumento que permite estudiar objetos que son demasiado pequeños para ser observados a simple vista. Pero realmente es uno de los desarrollos más relevantes e importantes en la historia de la ciencia con aplicaciones que van desde la medicina y biología hasta la nanociencia.

El primer tipo de microscopio que se inventó fue el microscopio óptico en 1610 probablemente por Zacharias Jansen aunque también se suele atribuir a Galileo. Desde entonces la evolución en el campo de la microscopía ha sido espectacular.

Basándose en los avances de la mecánica cuántica, Max Knoll y Ernst Ruska desarrollaron en 1931 el microscopio electrónico de transmisión (T.E.M.) que utiliza un haz de electrones en lugar de luz para enfocar la muestra consiguiendo aumentos de 100.000 X. Posteriormente, en 1942 se desarrolla el microscopio electrónico de barrido (SEM). A principios de los 80 Binnig y Rohrer [Binnig 82] revolucionaron la ciencia de superficies con la invención del microscopio de efecto túnel, STM (Scanning Tunneling Microscopy). El principio de funcionamiento de este sistema es radicalmente distinto a los casos anteriores (cuya resolución está limitada por la longitud de onda de la sonda empleada, luz en el caso del microscopio óptico, electrones en los electrónicos) permitiendo resolver imágenes de átomos individuales. A grandes rasgos, el principio de esta microscopía es muy simple: consiste en colocar con mucha precisión una punta afilada a muy poca distancia de la muestra, del orden de unos pocos nm, y medir en cada caso una magnitud física fuertemente dependiente de la distancia entre ambos, que en el caso del STM es la corriente túnel que circula entre punta y muestra.

La invención de la microscopía de efecto túnel posibilitó el desarrollo de las llamadas Microscopías de Campo Cercano (SPM, Scanning Probe Microscopy). Así aparecieron, entre otros, el Microscopio Óptico de Barrido (SNOM) o el Microscopio de Fuerzas (SFM, Scanning Force Microscopy) entre los que destacan el AFM (microscopio de fuerzas atómicas) y el MFM (microscopio de fuerzas magnéticas) que surgió en 1987 como una variante del primero para aprovechar todo el potencial de esta técnica en el campo del magnetismo [Sáenz 87], [Martín 87].

Una de las restricciones del STM es la necesidad de que las muestras a estudio sean conductoras. Esta restricción no aparece en el SFM, ya que en este sistema se miden las fuerzas de interacción entre la sonda (punta) y la muestra, siendo posible estudiar tanto con muestras conductoras como con aislantes o muestras biológicas [Binnig86].

Se puede trabajar tanto en aire, en condiciones de atmósfera controlada (humedad, temperatura), en líquidos o en alto y ultra alto-vacío (HV y UHV).

En los últimos años se han producido avances relevantes en el campo de la microscopía de campo próximo; por una parte en el campo de la microscopía de fuerzas, destacan los trabajos de O. Custance y colaboradores en los cuales es posible distinguir la especie química de cada átomo en una superficie así como manipularlos individualmente [Sugimoto 07]. Otro logro importante, en este caso en la microscopía túnel ha sido el desarrollo del microscopio de efecto túnel polarizado en spin, SP-STM. La primera referencia de la idea de detectar la imanación local en la superficie siendo sensibles al spin de un electrón en la corriente túnel la encontramos en [Pierce 88]; para una revisión completa ver por ejemplo [Bode 03]. El SP-STM es una técnica de caracterización magnética de muy alta resolución y sensibilidad para el estudio de superficies, películas delgadas o nanopartículas. Otros campos como la biología también han avanzado gracias a las aplicaciones del AFM en la visualización de moléculas [Moreno-Herrero 05].

Es decir, como veremos a lo largo de esta tesis, tanto el SFM en general, como el MFM en particular son mucho más que una herramienta para tomar imágenes.

Este capítulo se va a dividir en dos bloques. En la primera parte se describirán los fundamentos y componentes del microscopio de fuerzas en general y del MFM en particular mientras que en la última parte del capítulo se hará un análisis del desarrollo instrumental realizado durante el transcurso de la tesis para poner a punto el microscopio de fuerzas magnéticas con campo variable (VF- MFM) en colaboración con la empresa Nanotec Electrónica S.L y el profesor Julio Gómez Herrero de la Universidad Autónoma de Madrid.

2.2- Microscopía de Fuerzas

El SFM es uno de los sistemas más versátiles de la familia de los microscopios de campo cercano. A grandes rasgos, el principio de operación de este tipo de microscopios consiste en la detección de la fuerza interacción entre una punta que hace las funciones de sonda y la muestra a estudio. Esta interacción puede tener diferentes orígenes y contribuciones y variar dependiendo del sistema a estudio como se describirá más adelante. En primer lugar, se describirán brevemente los elementos comunes a la mayor parte de los equipos SFM, después se introducirán los modos de

medida habituales para, finalmente, centrarnos con más detalle en el MFM, en sus fundamentos y en la formación e interpretación de las imágenes magnéticas ya que será el sistema empleado para estudiar todas las muestras que se presentan en esta tesis.

2.2.1 Instrumentación

Durante esta tesis se han desarrollado tres prototipos de sistemas en colaboración con la empresa Nanotec Electrónica S. L. Todos ellos se han basado en su modelo comercial Cervantes [Nanotec] añadiendo las modificaciones necesarias para poder aplicar campos magnéticos durante el proceso de medida habitual, con la intensidad y estabilidad necesarias para el tipo de muestras que se quieren estudiar. Este sistema se denominará VF-MFM (*Variable Field Magnetic Force Microscopy*) y se detallará en la segunda parte de este capítulo.

Comenzaremos introduciendo los principales componentes que constituyen un microscopio de fuerzas, que se muestran de manera esquemática en la Figura 2.1.

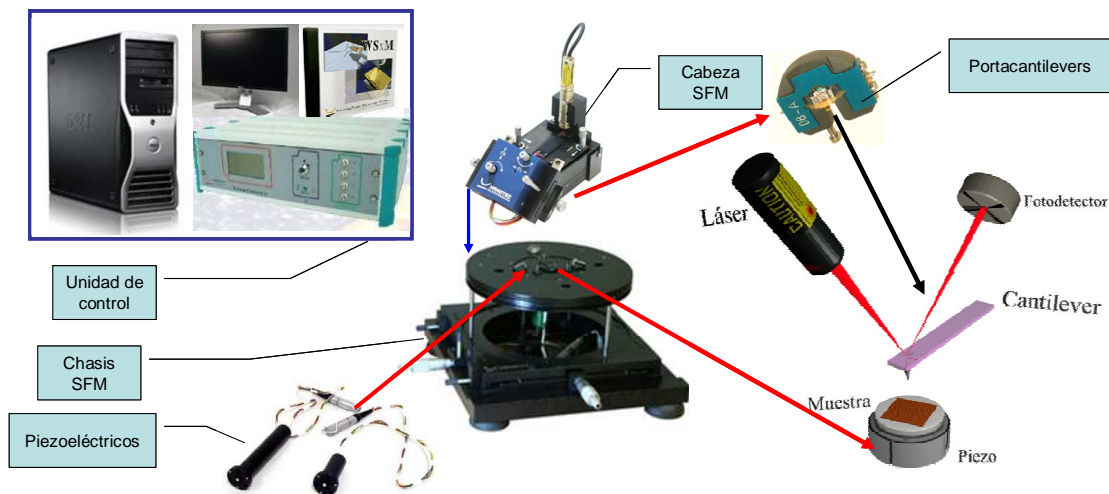


Figura 2.1 Esquema de los principales componentes de un sistema de microscopía de fuerzas

i) El detector de Fuerzas

A grandes rasgos, como ya hemos mencionado, en un SFM se mide la fuerza de interacción entre la punta que hace la función de sonda y la muestra que se quiere analizar. Por ello, uno de los elementos más cruciales de un SFM es el detector de fuerzas. Ese detector de fuerzas tiene que tener una alta sensibilidad dado que las fuerzas que se manejan pueden llegar a ser del orden de pN. No obstante, también hay

que buscar un compromiso de estabilidad para que sus características sean las adecuadas en cada de modo de medida en concreto.

El detector de fuerzas consiste básicamente en una micropalanca con una punta (generalmente piramidal o cónica) integrada, fabricadas por técnicas de microfabricación [Budget sensors Techn].

Los materiales más utilizados son monocristales de Si y Si_3N_4 , sobre los cuales se puede depositar un recubrimiento que producen puntas con diferentes propiedades para distintas aplicaciones (magnéticas, conductoras, etc.).

La geometría de estas micropalancas (habitualmente denominadas *cantilevers*), suele ser rectangular o triangular (Figura 2.2). A través de las propiedades mecánicas de esta micropalanca, que dependen del material empleado, su densidad, geometría, etc., se definen características y parámetros claves para elegir el detector de fuerzas adecuado para cada experimento: la constante de fuerzas (K), la frecuencia de resonancia (ω_0) y el factor de calidad (Q).

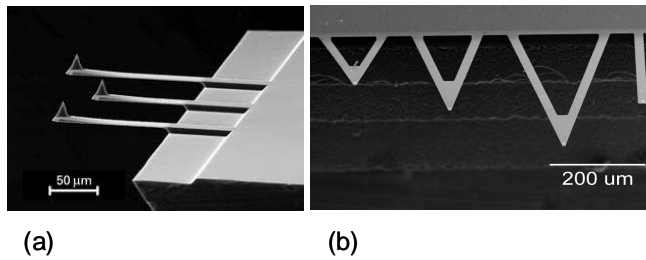


Figura 2.2 (a) Vista semi-lateral de tres micropalancas rectangulares donde se aprecian las puntas en los extremos; (b) Vista superior de tres micropalancas triangulares y una rectangular.

Cada una de estas micropalancas está integrada en un *chip* de dimensiones macroscópicas (mm) de tal modo que es posible cogerlo con unas pinzas y colocarlo en un *portacantilevers* (o portapuntas) como el que aparece en la Figura 2.1. Para cualquier geometría de *cantilever* el principio de trabajo es el mismo, se basa en la ley de Hook y se resume en las ecuaciones (2.1) y (2.2)

$$F_N = K_Z \cdot \Delta Z \quad (2.1); \quad F_l = K_T \cdot \Delta X \quad (2.2)$$

donde K_Z y K_T son las constantes de de fuerzas de la deflexión normal y lateral (torsión) respectivamente. ($K_Z \ll K_T$).

Las fuerzas normales que actúan sobre la punta, perpendiculares al plano del *cantilever*, producen una deflexión vertical ΔZ ; análogamente, las fuerzas laterales, perpendiculares al eje de la micropalanca, producen una torsión ΔX

La elección y determinación de los valores de las constantes de fuerzas es un punto clave para obtener información cuantitativa en el SFM. Normalmente las compañías

nos dan el valor nominal pero también es posible determinarlo gracias al *método Sader* [Sader99], [Green04].

Algunas de las características de las micropalancas usadas en esta tesis se muestran en el *Capítulo 3*.

ii) El sistema de detección: la cabeza del SFM

Una vez descrito cómo debe ser el detector de fuerzas y en qué se basa su principio de trabajo, necesitamos un sistema para la detección de la deflexión que se produce en la micropalanca a consecuencia de la interacción con la muestra. En nuestro equipo, el método que vamos a emplear es un sistema de detección óptico, que es el más utilizado en la actualidad. En esta técnica, un láser es focalizado en el *cantilever*, recogiendo el haz reflejado en un fotodiodo que está dividido en cuatro sectores. Cada sector genera un voltaje proporcional a la intensidad recibida, de modo que podemos separar la contribución de las fuerzas normal y lateral como vemos de forma esquemática en la Figura 2.3. Todo este sistema está integrado en la cabeza del SFM.

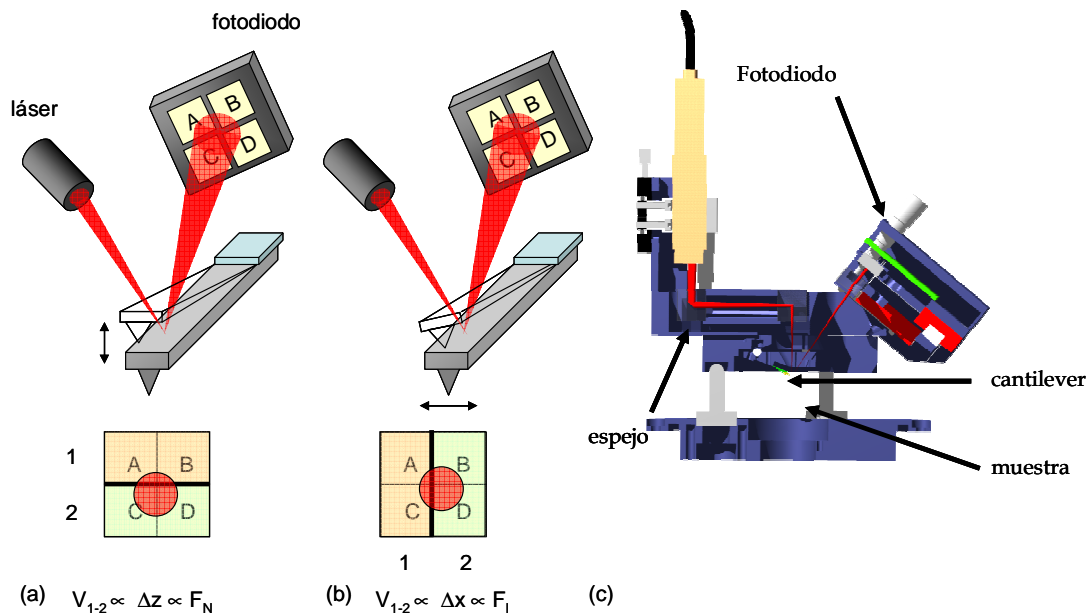


Figura 2.3 (a) Esquema del sistema de detección de la fuerza normal a través del fotodiodo; (b) Ídem para la fuerza lateral; (c) Esquema de la cabeza del modelo Cervantes de Nanotec.

Para los experimentos descritos en esta tesis se ha empleado dos modelos de cabeza comerciales de Nanotec Electrónica [Nanotec tech1], pero con una serie de modificaciones para los sistemas de aplicación de campos magnéticos.

iii) El sistema de barrido

Otro de los componentes fundamentales del microscopio AFM es el sistema de posicionamiento (aproximación de la muestra respecto a la punta) y barrido sobre la superficie. Se necesita una precisión de 1 pm ya que generalmente la distancia entre punta y muestra será de unos pocos nm. Para conseguirlo se emplean elementos piezoeléctricos. En nuestro caso usaremos un piezotubo. Generalmente está constituido de cerámicas piezoeléctricas del tipo $\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$ también llamada PZT situado entre dos electrodos metálicos uno de ellos en la superficie interna y otro en la externa, que está dividido en cuatro sectores ortogonales (ver esquema en la Figura 2.4.a). El tubo está orientado perpendicular a la superficie de la muestra, en la dirección Z. Aplicando una diferencia de potencial entre los contactos conseguimos el desplazamiento deseado en X, Y o Z. Los desplazamientos dependen de las características físicas y geométricas de cada piezotubo en particular, por lo que es necesario realizar una calibración previa (cuantos nm se deslaza por cada V aplicado). Además, es preciso tener en cuenta los problemas habituales de los piezoeléctricos como son la no linealidad, histéresis, *creep*... A lo largo de esta tesis se han empleado varios tipos de sistemas de barrido comerciales [Nanotec tech2] uno para áreas grandes (hasta un máximo de $50\text{ }\mu\text{m} \times 50\text{ }\mu\text{m}$) y otro para áreas más pequeñas y por tanto con más resolución a pequeña escala (área de barrido máxim: $12\text{ }\mu\text{m} \times 12\text{ }\mu\text{m}$); en cada caso se han introducido las modificaciones necesarias para hacerlo compatible con los prototipos de aplicación de campos magnéticos *in situ*.

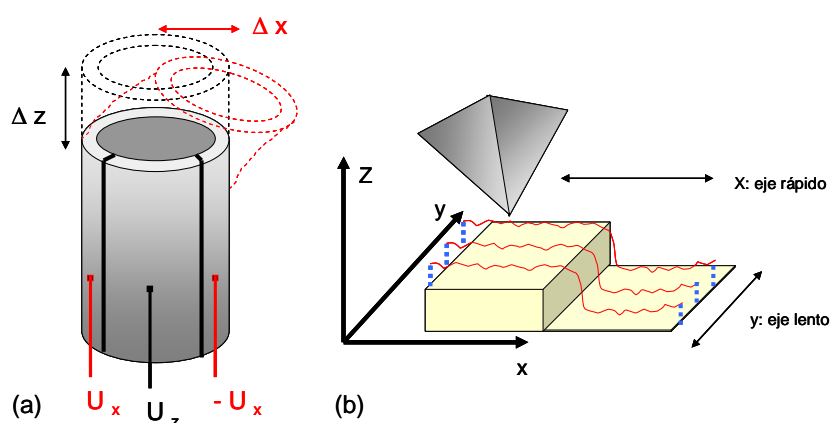


Figura 2.4 (a) Representación esquemática de un tubo piezoeléctrico; (b) Esquema del proceso de barrido entre punta y muestra.

iv) **Unidad de control**

La unidad de control, como veíamos en la Figura 2.1, consiste básicamente en una unidad de alto voltaje *Dulcinea* [Nanotec tech3] conectada a un *DSP* (*Digital Signal Processor*, tipo M6701), todo ello controlado con un ordenador de medida. Tanto para el control del sistema como para todo el procesado de imágenes presentadas en esta tesis se ha empleado el *software WSxM* [Horcas07].

El *DSP* es el encargado de recoger y procesar la señal procedente del fotodiodo y del control del movimiento del piezo. Tiene un rango de trabajo de ± 10 V que es necesario amplificar con la unidad de alto voltaje. Se pueden seleccionar las ganancias en función de las características de la muestra a estudio. El *DSP* también es responsable de la retroalimentación o del sistema de *feedback* como se suele denominar habitualmente. Como habíamos visto, el fundamento de cualquier SPM en general, y del SFM en particular, es la medida de una magnitud física (que denominaremos interacción) que depende fuertemente con la distancia entre la punta y la muestra. Gracias al sistema piezoeléctrico se aproximan con una precisión subnanaométrica a una distancia comparable al rango de dicha interacción. En ese punto se controla el proceso de medida gracias a un sistema de retroalimentación o *feedback*. El sistema de *feedback* es una parte fundamental del SPM. Su funcionamiento básicamente consiste en comparar un parámetro de referencia que denominaremos *set point* con el valor de nuestra interacción (en el caso del STM sería la corriente túnel, en el SFM puede ser la fuerza o la amplitud). Idealmente, el sistema de retroalimentación lo que hace es aplicar un voltaje al sector del piezoeléctrico que controla el movimiento en Z para acercar o alejar la muestra de tal modo que la diferencia entre el parámetro de control y el valor de la interacción sea cero. Para conseguir esto se utiliza un sistema de control *Proporcional/ Integral* (P/I) integrado en el *DSP*. Una vez que se ha fijado la distancia a través del *feedback* el microscopio está preparado para adquirir una imagen. En el modo habitual el proceso es un barrido de la punta en el plano paralelo a la superficie (direcciones X-Y) Inicialmente barremos en el eje X (eje rápido) siguiendo la topografía de la muestra, después la punta se mueve a lo largo de la dirección Y (eje lento) para obtener la siguiente línea de barrido. (Ver Figura 2.4.b)

v) Sistema antivibratorio.

Es necesario controlar el sistema de tal manera que la punta esté situada a pocos nm de la superficie de la muestra. Por ello es imprescindible aislar el sistema de cualquier tipo de vibración externa que puede tener efectos dramáticos para las mediciones. Una de las fuentes de ruido mecánico es el propio suelo del laboratorio, que suele estar entre 10Hz y 30 Hz con una amplitud de varias micras.

Hay diversas formas de reducir todos estos efectos. En nuestro caso concreto el sistema se ha situado sobre dos láminas de granito soportadas por cuatro muelles con una baja frecuencia de resonancia, todo ello montado sobre una estructura antivibratoria (

Figura 2.5)

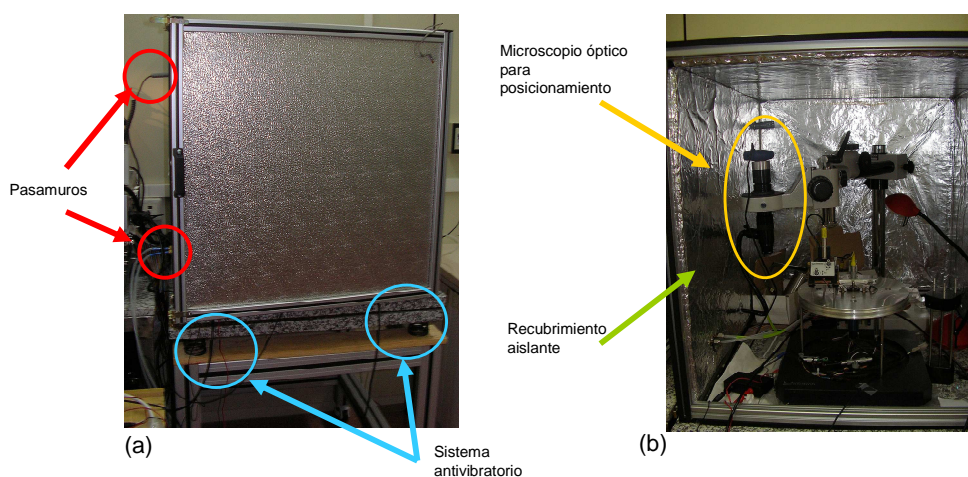


Figura 2.5 (a) Fotografía del exterior del sistema; (b) fotografía de la parte interior de la caja.

Además es necesaria una gran estabilidad térmica; para ello todo el sistema está aislado con una caja metálica que hace además de caja de *Faraday* en la que a su vez podemos controlar la humedad a la que se realizan los experimentos. Así mismo, se le han puesto pasamuros para las conexiones con el exterior de la caja.

2.2.2 Modos de medida

Como ya hemos mencionado, con el SFM se mide la fuerza de interacción entre la sonda (punta) y la muestra. Esta interacción puede tener distintas contribuciones que serán diferentes de un sistema a otro. Por ello, para cada experimento es necesario tener en cuenta qué modo de medida nos aportará mayor información. En general con el microscopio de fuerzas, además de la información de la topografía, se pueden medir

propiedades mecánicas como la adhesión, fricción [Munuera 06], experimentos de nanoindentaciones [Carrasco 06], [Asenjo 06],[Navarro 08], propiedades eléctricas como el potencial de superficie [Palacios – Lidón 05], conducción, propiedades magnéticas, información sobre diferentes materiales en una superficie, disipación, etc.

En una primera clasificación se pueden diferenciar los modos de medida en modo contacto y modos dinámicos además de los modos tridimensionales (3D).

En general, en ausencia de fuerzas eléctricas, magnéticas o de capilaridad, la interacción entre punta y muestra está gobernada por fuerzas intermoleculares. La curva de potencial que aparece en la Figura 2.6 es la típica curva universal de interacción entre átomos, moléculas y también entre dos superficies y, en particular, entre la punta y la superficie de la muestra en un microscopio de fuerzas.

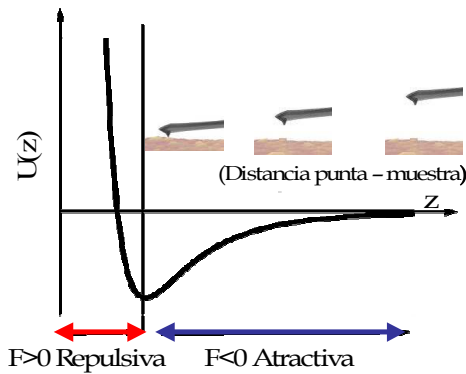


Figura 2.6 Esquema del potencial de interacción entre la punta y la muestra en función de la distancia z entre ambas

Como es bien conocido, este tipo de curvas presenta dos regímenes, uno atractivo y otro repulsivo. El régimen atractivo se corresponde, dado que las medidas se han realizado en aire, cuando las fuerzas de *Van der Waals* son predominantes.

Por la geometría de la punta y la muestra, la interacción *Van der Waals* se puede aproximar como una esfera acercándose a un plano:

$$F_{vaw} = -\frac{AR}{r^2} \quad (2.3)$$

donde R es el radio de la esfera, r es la distancia entre ambos y A es la constante de *Hamaker* (orden de magnitud $\sim 10^{-19}$ J).

En el régimen repulsivo, punta y muestra están en contacto mecánico y la fuerza (repulsiva) viene de la energía mecánica almacenada por la deformación producida al estar en contacto punta y muestra. Estos dos regímenes, atractivo y repulsivo, de la curva de potencial, definen esencialmente los modos habituales de trabajo del SFM: modos dinámicos (no contacto y contacto intermitente) y modo estático (contacto).

2.2.2.a Modo Contacto

Este modo no es el que se ha utilizado habitualmente en esta tesis así que solamente se hará una breve descripción. Para más detalle ver por ejemplo [Meyer 04]. En el modo contacto, como su propio nombre indica, la punta está en contacto mecánico con la superficie de la muestra. Durante el barrido de la punta sobre la superficie se mide la deflexión del *cantilever* (debido a las fuerzas repulsivas), magnitud que es proporcional a la fuerza normal y, de esta forma, se obtiene la imagen de topografía. Simultáneamente podemos registrar mapas de fricción o conductividad.

En las denominadas curvas Fuerza – Distancia (Figura 2.7) se resumen los parámetros más importantes de este modo.

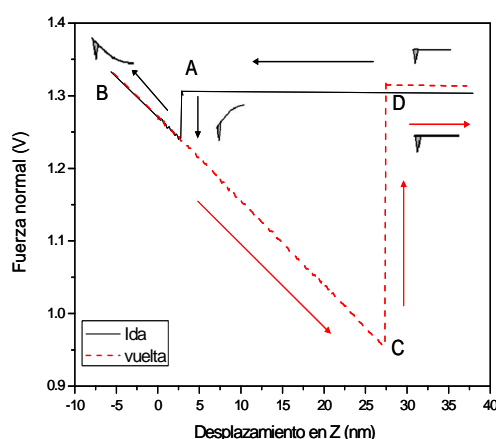


Figura 2.7 - Curva experimental de fuerza frente a distancia. La línea continua muestra a la punta aproximándose a la superficie y la línea discontinua corresponde al movimiento de alejarse. El punto A corresponde a la distancia a la cual la punta salta al contacto con la superficie. En el punto B se tiene la máxima fuerza y comienza el movimiento del piezo a retraerse. La punta se separa de la superficie (punto C). La diferencia de fuerza entre C y D se corresponde con la adhesión entre la punta y la muestra.

2.2.2.b Modos Dinámicos

En el modo dinámico se hace oscilar al *cantilever* a su frecuencia de resonancia. Una interpretación precisa y cuantitativa del sistema no es trivial y ha sido ampliamente estudiado por varios grupos. Se recogen los fundamentos de este método en el resumen de Ricardo García y Rubén Pérez [García 02]. En este apartado sólo pretendemos destacar los conceptos más importantes. Este ha sido el modo utilizado a lo largo de la presente tesis puesto que es el adecuado para la adquisición de imágenes magnéticas.

El interés en el empleo de los modos dinámicos radica en varios factores: alta resolución, existencia de varios parámetros sensibles a la interacción punta- muestra, posibilidad de medir en líquidos, en ultra alto vacío, etc.

La amplitud, la frecuencia y el desfase de la oscilación son los parámetros que unen la dinámica del sistema oscilador micropalanca-punta con las interacciones entre dicha punta y la superficie de las muestras.

En general en los modos dinámicos se suelen distinguir dos métodos: Modulación en amplitud AM (*Amplitud Modulation*) y Modulación en Frecuencia, FM (*Frequency Modulation*). El primero de ellos, conocido también como *tapping*, emplea la amplitud de la oscilación como parámetro de *feedback* y es el que habitualmente se usa en medidas al aire. El modo FM emplea el desplazamiento en frecuencia como parámetro de control y es el que se utiliza en vacío y ultra- alto vacío. También se suele denominar como modo no-contacto, aunque se ha demostrado que operando en AM igualmente se puede medir de dicha forma. El motivo de esta distinción de medidas entre aire y vacío es la fuerte dependencia de la amplitud con el factor de calidad. Dado que en esta tesis todas las medidas se han realizado al aire, este apartado se centrará únicamente en el modo empleado, el de Modulación en Amplitud.

Las amplitudes que se usan habitualmente en los experimentos empleando AM están en el rango de 1 a 100 nm. No obstante, el análisis a amplitudes altas es complejo debido a los efectos no lineales que se introducen por las variaciones producidas en el gradiente de fuerzas durante la oscilación. En nuestro caso trabajaremos siempre con amplitudes comprendidas entre 7 y 15 nm.

Mediante los modos dinámicos, además se pueden evaluar los procesos disipativos por adhesión, viscoelasticidad, etc. que pueden estar involucrados en las interacciones punta -muestra.

i) Ecuaciones de amplitud y desfase

El modo AM, modulación en amplitud, es el modo dinámico en el cual el sistema micropalanca- punta es excitado a una frecuencia fija generalmente próxima a la frecuencia de resonancia libre. La amplitud de dicha oscilación actúa como parámetro de feedback.

Se suele describir el sistema por la ecuación:

$$m\ddot{z} + k\dot{z} + \frac{\omega_0}{Q}z = F_0 \cos(\omega t) + F_{ts} \quad (2.4)$$

donde z es la dirección en la que vibra la micropalanca, k la constante de fuerzas, m la masa del sistema, ω_0 la frecuencia de resonancia, Q el factor de calidad de la oscilación,

ω y F_0 la frecuencia y la amplitud de la excitación y F_{ts} contiene la interacción entre la punta y la superficie.

Las fuerzas de interacción relevantes en ausencia de campos son la interacción de Van der Waals, fuerzas repulsivas de corto alcance, adhesión y capilaridad. Para introducirlas en la ecuación (2.4) hay que realizar diferentes aproximaciones (ver [García 02] y sus referencias).

Asumiendo que $F_{ts}(z) = 0$, se puede describir el sistema como un oscilador armónico forzado y amortiguado (con *damping*). La solución típica se puede escribir como:

$$z(t) = B e^{-\alpha t} \cos(\omega_r t + \beta) + A(\omega) \cos(\omega t - \phi) \quad (2.5)$$

Esta solución tiene un término transitorio y un estacionario, que será el que predomine. Dicho estado estacionario es una función sinusoidal armónica. La dependencia de la amplitud con la frecuencia de excitación se puede escribir, por tanto como:

$$A(\omega) = \frac{F_0 / m}{\left[(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + (\omega \omega_0 / Q)^2 \right]^{1/2}} \quad (2.6)$$

mientras que el desfase queda como:

$$\tan \phi = \frac{\omega \omega_0 / Q}{\omega_0^2 - \omega^2} \quad (2.7)$$

En ausencia de *damping* la amplitud se puede escribir como:

$$A_0 = \frac{Q F_0}{k} \quad (2.8)$$

El *damping* modifica la frecuencia de resonancia del *cantilever* que se puede relacionar con la frecuencia natural con la expresión:

$$\omega_r = \omega_0 \left(1 - \frac{1}{2Q^2} \right)^{1/2} \quad (2.9)$$

Es habitual emplear el contraste de fase para investigar las variaciones en las propiedades del material como adhesión, viscoelasticidad, etc. [Martínez 06].

Por otra parte si en la ecuación (2.7) se trabaja en la frecuencia de resonancia, $\phi = 90^\circ$. El desfase va a depender de la frecuencia de excitación. Para interpretar de manera correcta la señal de fase hay diferentes aproximaciones; se puede introducir una constante de fuerzas efectiva o un factor de calidad efectivo, Q_{ef} que describe la interacción punta - muestra. Existe una relación entre dicha Q_{ef} y la energía disipada por el sistema. En este sentido se pueden destacar los trabajos del grupo de Cleveland [Cleveland 98] o de Tamayo y colaboradores [Tamayo 98].

Si se trata la F_{ts} (que contiene la interacción entre la punta y la superficie) como una perturbación, $F_{ts} = F_{ext,z}$ se puede reescribir la ecuación (2.4) en términos de una nueva frecuencia propia del sistema que viene dada, en primera aproximación por:

$$\omega = \omega_0 \left(1 - \frac{1}{2k} \frac{\partial F_z^{ext}}{\partial z} \right) \quad \rightarrow \quad \delta\omega = \omega - \omega_0 = -\frac{\omega_0}{2k} \frac{\partial F_z^{ext}}{\partial z} \quad (2.10)$$

La expresión (2.10) nos muestra como se modifica la frecuencia de resonancia del sistema oscilante en presencia de un gradiente de fuerzas (que como se verá más adelante puede ser de corto o de largo alcance en el caso de fuerzas de tipo electrostático o magnético) y en qué sentido se produce dicha modificación (Figura 2.8). También se puede relacionar la amplitud con este gradiente de fuerzas mediante la ecuación:

$$\delta A \propto \frac{Q}{2k} \frac{\partial F_z^{ext}}{\partial z} \quad (2.11)$$

Como se puede ver, la variación de la amplitud es proporcional al factor de calidad Q . Por este motivo, es muy sensible a los cambios de distancia punta- muestra, lo que servirá para medir la interacción debida a la topografía.

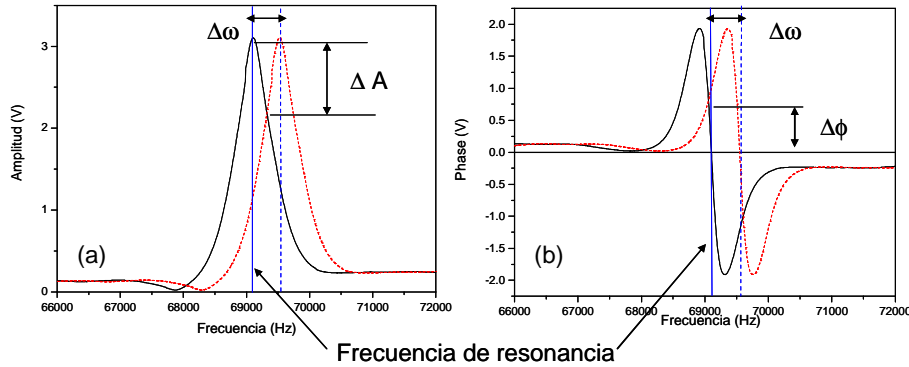


Figura 2.8 Curvas de resonancia de una micropalanca, con las respectivas representaciones de (a) amplitud y (b) fase (la línea discontinua es un esquema de lo qué sucede en presencia de una interacción)

En esta tesis se ha trabajado además añadiendo otro sistema de retroalimentación, el *feedback* del PLL (*Phase Lock Loop*).

De las curvas amplitud distancia, al igual que sucedía en el modo contacto se obtiene información importante. En la Figura 2.9 se presentan tres grupos de gráficas en experimentos diferentes que muestran un ejemplo de los distintos regímenes. En cualquier caso se comienza lejos de la superficie con la micropalanca oscilando sin que se aprecie ninguna interacción, con lo que la amplitud tiene un valor constante (próximo al de la oscilación libre) ese caso se aprecia en la parte izquierda de las

figuras (a) (b) y (c) que se corresponden con la fuerza normal, amplitud y fase respectivamente; cuando nos situamos a unos pocos nanómetros de la muestra la amplitud comienza a descender linealmente con la distancia, como se ve claramente en las figuras de fuerza normal (Figura 2.9.d), amplitud (Figura 2.9.e) y fase (Figura 2.9.f); en esas gráficas se ha resaltado la zona que denominamos de control, donde el valor de la amplitud es fijado por el parámetro de *feedback* o *set point*. Como se puede distinguir, la fase cambia de pendiente, lo que se corresponde con la zona de no contacto (N.C.) y de contacto intermitente (C.I.). Si se continua acercando la punta a la superficie llegará un momento en el que se produzca el salto al contacto, como se distingue en la última serie (Figura 2.9.g, h, i) donde la amplitud se vuelve cero. También en esta serie se aprecia el cambio de pendiente tanto en la amplitud como la fase, que se corresponden con los dos regímenes antes mencionados de no contacto y contacto intermitente.

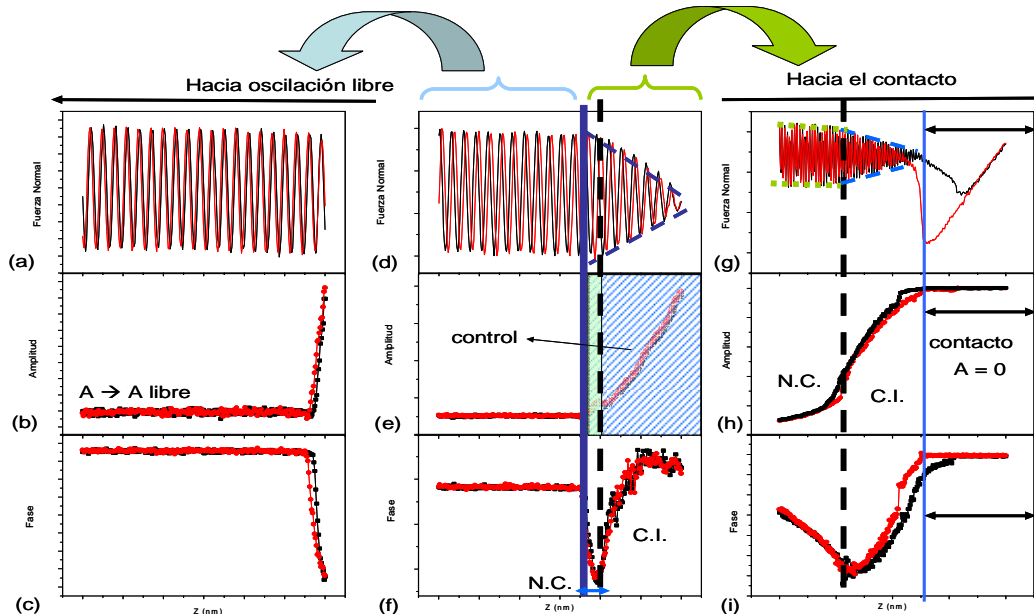


Figura 2.9 Curvas experimentales de (a) fuerza, (b) amplitud y (c) fase alejándonos 100 nm desde el *set point*; se observa la zona de la bajada lineal de la amplitud y fase con la distancia. Aunque la amplitud parezca constante tiene una ligera pendiente hacia el valor de amplitud libre. Las curvas (d), (e) y (f) se corresponden con la fuerza, la amplitud y la fase acercándonos a la muestra. Se observa una disminución en la fuerza normal. Cuando llegamos al contacto como sucede en los casos de las gráficas (g), (h) e (i) se observa un cambio de régimen, la amplitud y la fase se vuelven cero y la fuerza normal comienza a aumentar.

ii) PLL: Phase Lock Loop

El PLL (*Phase Lock Loop*) es un otro *feedback* o mecanismo de retroalimentación cuya función consiste en mantener el valor del desfase constante y próximo a cero en el modo dinámico [Dürig 92]. Esto se consigue variando la frecuencia de excitación de tal manera que siempre estemos maximizando la amplitud. La salida del PLL se registra

directamente en unidades de frecuencia y es equivalente a medir el desfase. Más adelante se describirá la importancia de trabajar con este sistema activado ya que se trabajará distinguiendo procesos disipativos y no disipativos, así como los parámetros que cambian en función de la interacción punta – muestra.

La expresión (2.10) será la que se emplee para medir la interacción magnética (a largo alcance) dado que la variación en amplitud, por su dependencia con el factor de calidad Q se emplea para medir la interacción debida a la topografía.

En definitiva, lo habitual en los modos dinámicos es registrar las imágenes de amplitud, fase y $\Delta\omega$ para obtener la máxima información posible de la muestra.

2.2.2.c Modos 3D

La manera habitual de trabajar, tanto en los modos estáticos como en los dinámicos, es medir y representar una magnitud del sistema, f , en función de la posición (x, y) de la punta, esto es $f(x, y)$, que puede ser, por ejemplo, la topografía, la fricción, el desfase, etc.

Con los denominados *modos 3D*, la información que se obtiene es mucho más rica, ya que es posible medir cualquier magnitud del sistema f en función de otras dos, que no tienen porque ser las habituales x, y que hemos mencionado anteriormente [Gómez – Navarro 02]. Es decir, una imagen obtenida con los modos 3D es la representación de una magnitud $f(x_1, x_2)$ donde x_1 es el eje rápido de barrido y x_2 es el eje lento. Para cualquier modo, x_1 y x_2 son salidas del *DSP* que pueden tener diferentes significados físicos dependiendo del sistema experimental que estemos estudiando, [Colchero 98], [Munuera 07]. Por ejemplo, en la Figura 2.10 hemos representado una imagen habitual de topografía (siendo x el eje rápido, y el eje lento, z la escala de colores) y una imagen obtenida en modo 3D donde, en este caso, el eje rápido es la frecuencia y el eje lento es z , la distancia punta – muestra. La escala de colores representa valores de amplitud. Se pueden grabar varios canales a la vez (como en los modos habituales) y operar con ellos.

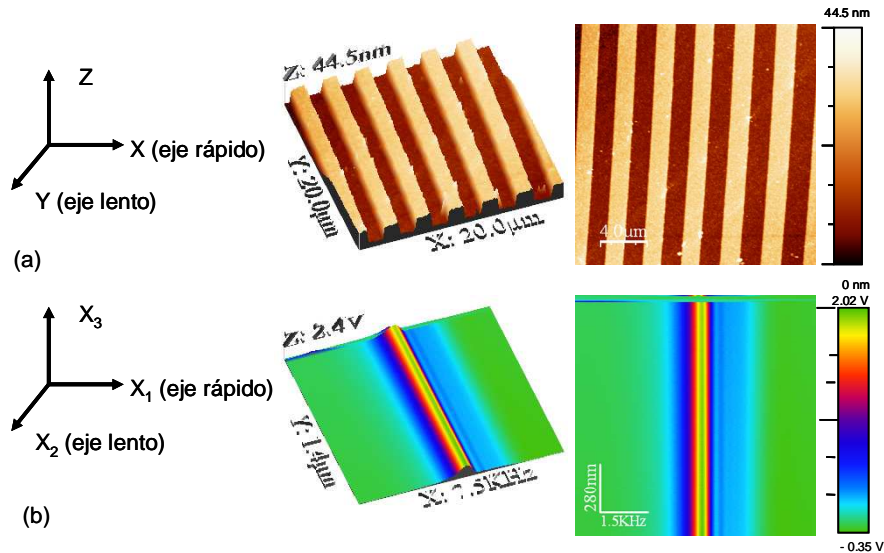


Figura 2.10 (a) Representación tridimensional y vista desde arriba de una imagen de topografía donde el barrido en X es el eje rápido, el barrido en Y es el eje lento y la escala de colores se corresponde con la altura Z. (b) Representación tridimensional y vista desde arriba de una imagen en modo 3D donde es el eje rápido es la frecuencia, el eje lento es la distancia punta muestra, Z, y la escala de colores se corresponde con los valores de amplitud (equivale a diferentes curvas de resonancia a distintas distancias punta – muestra)

En esta representación se pueden medir perfiles tanto en el eje horizontal como en el vertical tal y como se muestra en la Figura 2.11 donde se han representado diferentes ejemplos de *modos 3D*. Los casos (a) y (b) se corresponden con la amplitud y la fase (las magnitudes f que se miden en cada caso) en función de la frecuencia (eje rápido) y la distancia z (eje lento). Por tanto tomando perfiles en el eje horizontal tendremos curvas de resonancia a distintas alturas (e) y (f).

En los casos (c) y (d) hemos registrado la amplitud y la fuerza normal en función de x (eje rápido, barrido en una línea) y de la distancia z (eje lento), con lo que en este caso un perfil en el eje vertical se corresponde con las curvas que ya hemos presentado de Amplitud – distancia y Fuerza – distancia, para un punto dado de la superficie (perfiles (g) y (h)).

A lo largo de esta tesis se van a emplear distintos modos 3D que se explicarán con detalle en cada caso concreto. Nos van a servir, por ejemplo, para estudiar la dependencia de alguna magnitud (amplitud, desplazamiento en frecuencia, etc.) con la distancia z o con el campo magnético aplicado.

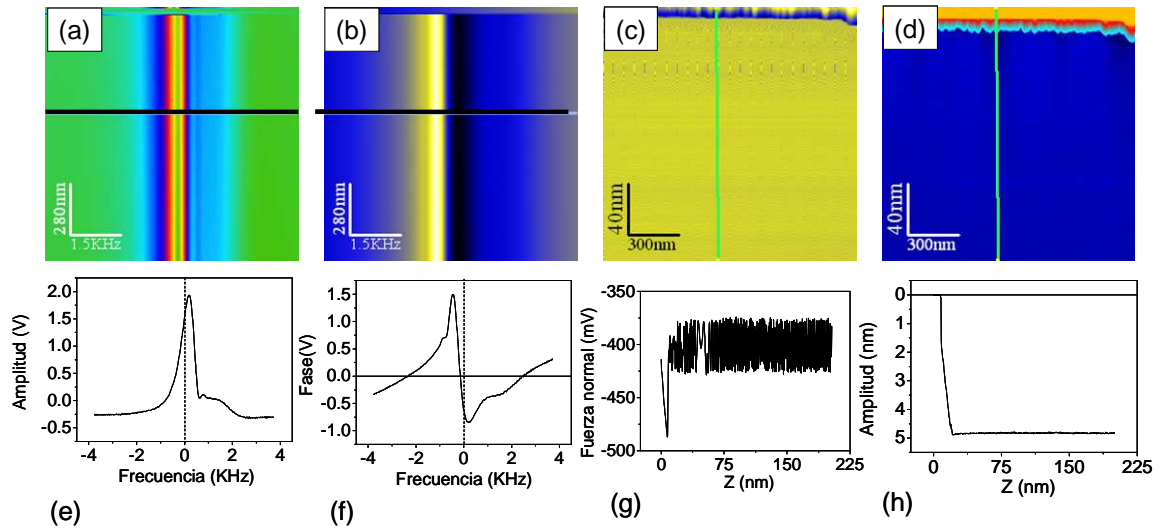


Figura 2.11 - Modos 3D de distintas magnitudes con sus perfiles correspondientes. (a) y (b) Curvas de resonancia (eje rápido, frecuencias; eje lento distancia) en función de la distancia punta muestra (perfiles (e) y (f) a una distancia dada) visualizando la amplitud y la fase respectivamente. Curvas Fuerza- distancia(c) y amplitud distancia (d) alejándonos desde el contacto hasta una distancia dada y moviendo la punta a lo largo de una línea de la superficie (eje rápido, dirección de barrido x; eje lento distancia z) donde se toman los correspondientes perfiles (g) e (h).

2.3- Microscopía de Fuerzas Magnéticas

El microscopio de fuerzas magnéticas (MFM) es un modo especial de operación del SFM. A rasgos muy generales, la principal diferencia es que empleamos una punta con un recubrimiento magnético para medir la interacción ente dicha punta y una muestra también magnética.

Fue introducido poco después del AFM, [Sáenz 87] , [Martín 87] y, desde principios de los años 90 ha sido ampliamente utilizado tanto por sus aplicaciones tecnológicas como por su resolución o versatilidad. También se ha usado como herramienta para el control de calidad en grabación magnética. Actualmente sigue siendo una técnica muy extendida por su facilidad para estudiar gran variedad de muestras sin necesidad de preparación previa o condiciones ambientales especiales.

Hoy en día, los principales desafíos que aún se plantean son la interpretación cuantitativa de los datos obtenidos [Zhong 08], mejora de la resolución (ver por ejemplo los trabajos del grupo de Hartmann [Koblischka 03], [Koblischka 04] y [Koblischka 07] y la aplicación de campos magnéticos durante las medidas. Este último reto es lo que se ha abordado con detalle a lo largo de esta tesis.

2.3.1 Fundamentos

El MFM está basado en la interacción entre dos materiales magnéticos, la muestra y la punta que hace las funciones de sonda.

La interacción viene dada por (ver [Asenjo 01] y las referencias en ese trabajo)

$$E(r) = -\mu_0 \int_{punta} [M_{punta}(r') H_{muestra}(r + r')] d^3r' \quad (2.12)$$

donde M_{punta} es la imanación de la punta y $H_{muestra}$ es el campo que produce la muestra debido a su imanación (lo que se conoce como *stray field*). Otra forma equivalente de escribir esta interacción es:

$$E(r') = -\mu_0 \int_{muestra} [M_{muestra}(r) H_{punta}(r + r')] d^3r \quad (2.13)$$

donde $M_{muestra}$ y H_{punta} son la imanación de la muestra y el campo creado por la punta respectivamente (ver Figura 2.12).

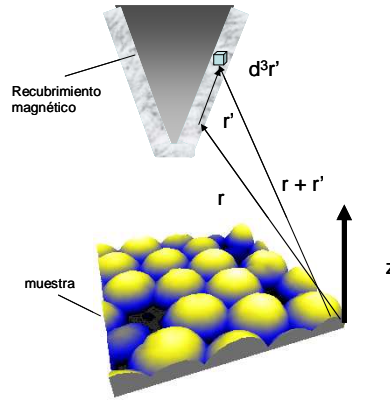


Figura 2.12 Esquema punta- muestra

La fuerza resultante de la interacción se puede escribir como:

$$F(r) = -grad[E(r)] \quad (2.14)$$

Los modos de medida son los mismos que en el SFM descritos anteriormente. En el modo estático mediríamos directamente la fuerza y en el modo dinámico el gradiente de dicha fuerza. No obstante, lo habitual en cualquier experimento es que existan simultáneamente diferentes interacciones entre punta y muestra.

La fuerza total se puede escribir como:

$$F_{total} = F_{mag} + F_{elec} + F_{vdw} \quad (2.15)$$

Como lo que queremos medir es únicamente la interacción de origen magnético, podemos hacer una estimación de los órdenes de magnitud de las otras contribuciones para ver qué requisitos se tienen que cumplir. En la literatura, se encuentran diversos

trabajos para cuantificar las diferentes interacciones presentes en un microscopio de fuerzas, [Gómez 98], [Guggisberg 00], [Zhu 02]. [Yu 03], [Yu 04].

El gradiente de fuerzas debido a la interacción de *Van der Waals* (ecuación (2.3)), considerando el valor típico de la constante de *Hamaker* para los metales (1 eV) y un radio de punta de unos 10 nm, a una separación punta – muestra de 50 nm tiene un valor de $1 \cdot 10^{-6}$ N /m; incluso si contamos con una punta de radio 50 nm el valor es de $5 \cdot 10^{-6}$ N /m; para separaciones menores de unos 20 nm aumentaría un orden de magnitud.

Para el caso de la interacción electrostática entre punta –muestra metálicas, tendríamos la siguiente expresión:

$$F_{elec} = \pi \epsilon_0 U^2 \frac{R}{z} \quad (2.16)$$

donde U es el voltaje *Bias* entre punta y muestra; R es el radio efectivo de la punta; ϵ_0 es la permitividad y z es la separación entre punta y muestra. Asumiendo de nuevo R = 10 nm, z = 50 nm y U = 100 mV el valor que podemos estimar para el gradiente de fuerzas electrostático es de $1 \cdot 10^{-6}$ N /m. Una manera de minimizar este efecto es asegurarnos de conectar eléctricamente a potencial nulo tanto la punta como la muestra.

El gradiente de fuerzas magnético es más complicado ya que depende, como hemos visto de la distribución de momentos de la punta y de la muestra. Dado que para reducir la energía magnetostática ambos prefieren formar estructuras de dominios, el gradiente de fuerzas puede decaer lentamente con la distancia.

Por ejemplo, para el caso de un medio de grabación magnética longitudinal, considerando un modelo de tipo dipolar para la punta (los diferentes modelos de punta están descritos en el *Capítulo 3*) el gradiente de fuerzas debido a la interacción magnética [Rugar 90] se puede escribir como:

$$F'_{mag} \propto \frac{1}{(a + z^2)} \quad (2.17)$$

donde z = distancia punta – muestra y a = espesor de la transición (~ 100 nm).

Como podemos ver, cuando la distancia es del orden de 100 nm, el gradiente de fuerzas magnético decae de manera más lenta que las fuerzas electrostáticas y de Van der Waals. Debido a las dificultades de conocer el momento magnético de la punta y a la diferente naturaleza de la muestra en cada experimento, no hay una ley universal relativa al gradiente de fuerzas magnético en función de la distancia.

Una estimación de los órdenes de magnitud la encontramos en el trabajo de García Martín [García - Martín 99] donde punta y muestra son representadas por dos esferas de Fe de radio 10nm separadas una distancia de 50 nm resultando una interacción en el modo dinámico dada por el gradiente de fuerzas de $4 \cdot 10^{-4}$ N/m. Si repetimos el cálculo para dos esferas de Co, el resultado es de $2.6 \cdot 10^{-4}$ N/m mientras que para dos esferas de Ni estamos un orden de magnitud por debajo ($3.5 \cdot 10^{-5}$ N/m).

A efectos prácticos, se suele estimar que para distancias superiores a unos 20 nm predominará la contribución magnética sobre *Van der Waals* pero dependerá de cada caso concreto, el tipo de punta empleado y el material a estudio. También hay que eliminar la contribución de capilaridad, es decir la formación de meniscos de agua entre punta y muestra. Por ejemplo, en la Figura 2.13.a se esquematizan las interacciones presentes en función de la separación punta - muestra, mientras que en la Figura 2.13.b se reproduce una gráfica tomada de [Grutter 92] donde se representa el gradiente de fuerzas en función de la distancia punta-muestra para dos muestras, una magnética (TbFeCo) y otra no magnética (Al) empleando en ambos casos la misma punta de Ni.

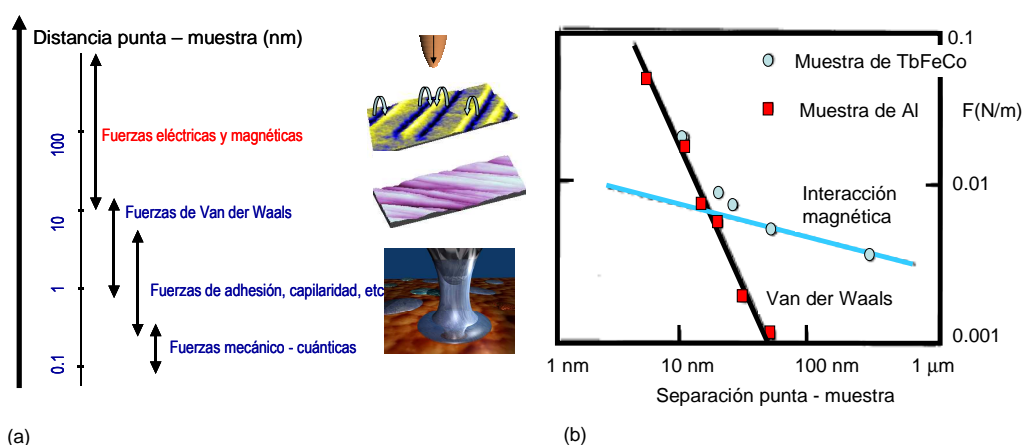


Figura 2.13 (a) Esquema de las diferentes interacciones posibles en función de la distancia punta- muestra. (b) Gradiente de fuerzas en función de la distancia para una muestra magnética y una no magnética (fuente [Grutter 92]).

2.3.2 Interpretación de las imágenes

Como ya se ha mencionado, un análisis cuantitativo de la interacción punta - muestra no es en absoluto trivial. Han trabajado en este tema numerosos grupos modelizando la imanación de la punta y de la muestra con diferente grados de complejidad (para más detalles ver *Capítulo 3*).

2.3.- Microscopía de Fuerzas Magnéticas: Interpretación de las imágenes

Básicamente lo más establecido son las aproximaciones tipo monopolo o dipolo magnético, dependiendo en cada caso de la punta empleada y de las condiciones concretas del experimento. De manera muy simple se puede resumir que para distancias entre punta y muestra grandes la aproximación válida es la de un dipolo puntual [Mamin 88] mientras que para distancias más pequeñas la mejor aproximación es tratar la punta como un monopolo [Hug 96]. En la Tabla 2-1 se resumen las expresiones correspondientes a los gradientes de fuerzas en cada modelo.

Modelo de punta	Modo dinámico, Gradiente de fuerzas
Monopolo	$\mu_0 \sigma \frac{\partial H_z}{\partial Z}$
Dipolo	$\mu_0 m \frac{\partial^2 H_z}{\partial Z^2}$

Tabla 2-1 Resumen de los dos modelos de punta más extendidos donde H_z es la componente del campo de fuga perpendicular a la muestra dado que el desplazamiento del *cantilever* es principalmente en esa dirección, σ , es la densidad superficial de carga de la punta; m , el momento dipolar de la punta.

Por cuestiones prácticas, el modo de trabajo habitual en microscopía de fuerzas magnéticas es el modo dinámico. Como se había visto, tanto la amplitud como la frecuencia son proporcionales al gradiente de fuerzas, pero, dada la dependencia de la amplitud con el factor de calidad Q , en el modo AM, esta magnitud será sensible a la topografía de la muestra mientras que midiendo el desplazamiento en frecuencia se obtendrá la interacción magnética.

No obstante, hay que tener en cuenta que la presencia de las interacciones de *Van der Waals*, que son de corto alcance. Por ello, la forma de medir la interacción magnética, que es de largo alcance, se realiza en nuestro sistema con lo que se conoce como modo de dos pasadas o "*Retrace*". Este método se basa en realizar dos barridos a la misma línea de la superficie en cada ocasión, una que denominaremos primera pasada a pocos nm donde se mide la topografía, y la segunda pasada a distancias tales que se minimice la contribución de *Van der Waals*. En primer lugar se actúa tal y como ya se ha descrito de forma genérica para los modos dinámicos: la punta está oscilando a su frecuencia de resonancia con una amplitud dada. Se acercan hasta alcanzar el valor de amplitud correspondiente al *set point*, de forma que, manteniéndola constante, se obtiene la imagen de topografía. En nuestro caso utilizaremos una amplitud de oscilación en torno a 10 nm de modo que siempre estemos a muy pocos nm de la superficie. Después de cada línea de topografía se aleja la muestra a la distancia que se

denomina *Retrace Z lift*, típicamente 30 – 60 nm y se repite el mismo perfil grabado anteriormente. En este segundo *scan*, el movimiento de la punta se verá afectado únicamente por la fuerza de la interacción magnética local entre ambas (Figura 2.14).

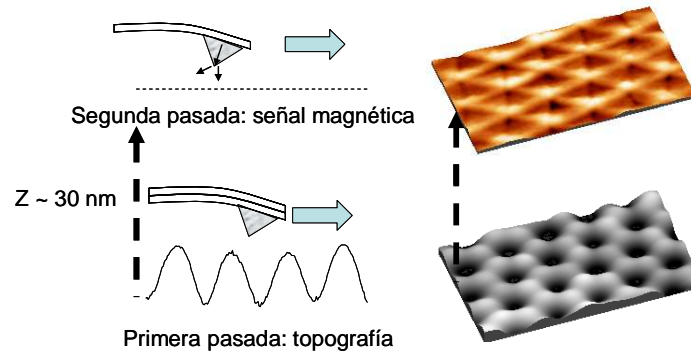


Figura 2.14- Esquema de cómo se realiza la segunda pasada para medir la interacción magnética (modo *retrace*).

Una vez que se ha registrado la señal magnética, el siguiente paso es interpretar dicha señal, lo que no es en absoluto trivial. En 1988, Hartmann [Hartmann 88] planteó dos condiciones para una interpretar bien las imágenes de MFM:

$$H_K^{muestra} > M_S^{punta} \quad (2.18); \quad H_K^{punta} > M_S^{muestra} \quad (2.19)$$

donde H_K es el campo de anisotropía y M_S la imanación de saturación. Si se cumple la primera de las condiciones, significa que la punta no modifica el estado magnético de la muestra, mientras que si se cumple la segunda de ellas la punta permanece estable durante todo el experimento. En el caso de que se cumplan las dos condiciones simultáneamente, la interpretación de las imágenes es la que se recoge en la Figura 2.15. Suponiendo que se conoce el estado magnético de la punta, generalmente con la imanación paralela a su eje axial, el contraste de MFM, en primera aproximación, se asocia a la densidad de polos magnéticos en la superficie de la muestra [Hubert 97]. Un incremento de Δf (desplazamiento en frecuencia) se corresponderá con fuerzas repulsivas mientras que las fuerzas atractivas irán asociadas con una disminución de Δf .

No obstante, es necesario separar la interpretación de los contrastes para distintos tipos de muestras. En primer lugar, aquellas con anisotropía perpendicular, en las que los polos magnéticos están distribuidos en la superficie de los dominios. En este caso, el contraste positivo y negativo que se observa en la imagen de MFM está asociado a los dominios con imanación hacia arriba y hacia abajo respectivamente (Figura 2.15.a). En cambio, en las muestras con anisotropía en el plano, los polos magnéticos están concentrados en las proximidades de las paredes de dominios. En tal caso, el contraste

2.3.- Microscopía de Fuerzas Magnéticas: Interpretación de las imágenes

en la señal de MFM está relacionado con los momentos magnéticos de dichas paredes. Se pueden detectar diferentes tipos de contrastes en función del tipo de pared (Figura 2.15.c y d) que tengamos en la muestra de tipo *Néel*, *Bloch*, *cross - tie* [Löhdorf 96]. No obstante también se pueden encontrar situaciones en las que la imanación de la muestra esté principalmente en el plano pero con una pequeña componente fuera de plano, lo que se conoce como *dense stripe domains* [Asenjo 00] (Figura 2.15.b).

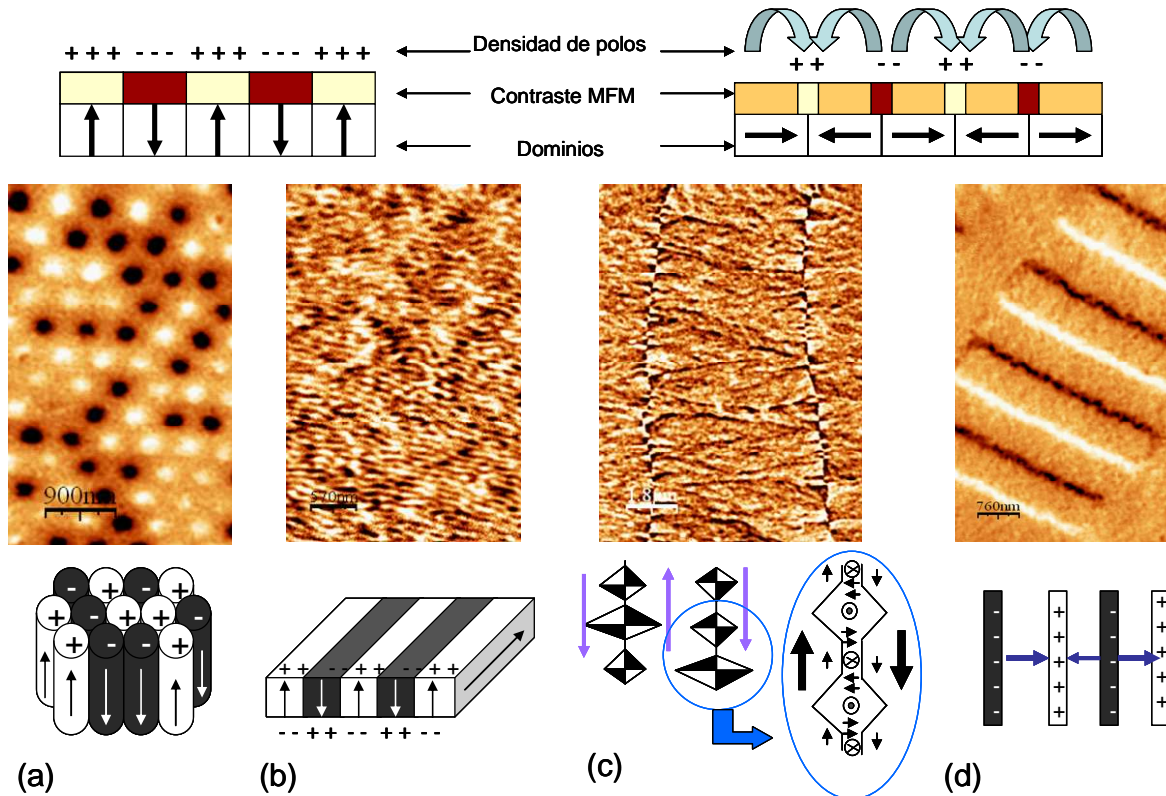


Figura 2.15- Interpretación de la señal de MFM en diferentes muestras (a) Nanohilos de Ni monodominio con imanación en la dirección axial; (b) Lámina delgada de FePt con una componente oscilante de la imanación fuera de plano, los denominados *dense stripe domains*; (c) lámina delgada de Fe Pt con la imanación en el plano en una zona en la que se aprecian dos paredes de tipo *Cross Tie*; (d) Soporte de grabación longitudinal con el contraste centrado en las paredes de los dominios magnéticos.

En cambio puede ocurrir que no se cumpla alguna de las dos condiciones mencionadas anteriormente.

Si la que se incumple es la primera de ellas tenemos el caso en que la punta modifica el estado magnético de la muestra. Estas perturbaciones introducidas en la distribución de dominios pueden clasificarse en dos tipos: reversibles e irreversibles, en función de si la muestra recupera o no su estado inicial cuando la punta se separa y no ejerce su influencia. Por ejemplo, en [Rave 98] se combina el uso de MFM con imágenes de efecto Kerr de la misma muestra para mejorar la interpretación de las perturbaciones

observadas mediante el microscopio de fuerzas, proponiéndose tres mecanismos diferentes. Similares resultados aparecen en [Zueco 99]. En el caso de las perturbaciones reversibles tenemos varios ejemplos en la literatura, como el cambio en los tamaños de los dominios de cierre [García- Martín 02] o en las paredes de dominios. En cuanto a las perturbaciones reversibles podemos encontrarnos transformación de estados monodominios en multidominio por ejemplo en [Li 01] y, quizás la más frecuente, la inversión de la imanación de la muestra [Gómez 99].

Si lo que sucede es que el campo que emana de la muestra modifica el estado magnético de la punta, es decir, se incumple la ecuación (2.19) entonces significa que se produce una reimanación en la punta. Esto, como veremos más adelante en el capítulo 3, es menos frecuente dado el tipo de puntas que emplearemos a lo largo de esta tesis.

2.4- Desarrollo Instrumental

El Microscopio de Fuerzas Magnéticas es una variante del AFM cuyos componentes principales se han descrito en el apartado 2.2.1. La diferencia principal es, a grandes rasgos, el recubrimiento que la punta debe tener para medir la interacción magnética con la muestra a estudio. Por ello, es importante hacer un estudio en profundidad de las características de los recubrimientos magnéticos tanto de puntas comerciales como fabricadas en nuestro laboratorio como se verá en detalle en el *Capítulo 3*.

Uno de los objetivos fundamentales de esa tesis ha sido modificar y poner a punto un sistema MFM para poder, no sólo medir la estructura de dominios de las muestras, sino aplicar campos magnéticos durante el proceso de medida y así poder estudiar procesos de imanación en la escala nanométrica.

Como ya vimos anteriormente, el hecho de medir con campo aplicado *in situ* en el MFM es un reto todavía abierto. En sistemas en ultra alto vacío se suelen alcanzar valores de campo muy altos gracias a bobinas superconductoras (por ejemplo en [Liebmann 05] se llega a campos de 5T en la dirección axial). En trabajos al aire, lo más común hasta ahora ha sido utilizar bobinas de *Helmholtz*, para aplicar campos en el plano de hasta una decena de mT. Al estar situadas fuera del conjunto punta- muestra, no hay problemas térmicos o de estabilidad [Asenjo 00]. Para intentar incrementar estos valores se probó también con imanes permanentes rotatorios. En función de la apertura se podía conseguir cerca de 200 mT pero para conseguir tales valores no podíamos tener un tamaño de muestra mayor de 3 mm [Proksch 95 y referencias ahí].

2.4- Desarrollo Instrumental: Campos axiales

Estos primeros intentos no permiten variar el campo de forma continua y controlada mientras se toma una imagen (modos 3D). Los primeros trabajos con electroimanes son del año 2004. Se llega a altos valores de campo (200 mT) pero no se presta atención a los posibles problemas de estabilidad [Bukharaev 04], [Kuo 04]. En cuanto a la aplicación de campos en la dirección axial hay menos trabajos. Los primeros intentos fueron también con bobinas de Helmholtz pero en esta ocasión situados en perpendicular al plano de la muestra [Proksch 96] (el valor máximo obtenido sigue siendo bajo, en torno a 10 mT). Hay algún trabajo con sistemas refrigerados [Lohau 01] o en vacío [Bai 04] que obtienen un orden de magnitud más pero de nuevo sin prestar especial hincapié a los problemas de estabilidad. En la actualidad, hay algunos sistemas comerciales de aplicación de campos en el plano ([NT- MDT], [Asylum]) que alcanzan valores de campo muy considerables pero ninguno de aplicación de campo axial en modo continuo.

Lo más relevante del sistema desarrollado en esta tesis frente a otros modelos es la capacidad de variar de forma controlada el valor de campo aplicado *in situ* siempre en la misma zona de la muestra de manera que gracias a herramientas como los modos 3D se pueden realizar ciclos de histéresis locales con el microscopio o modificaciones selectivas en la imanación de las muestras a estudio.

Durante el progreso de esta tesis se han puesto ha punto *tres prototipos*: en primer lugar un sistema de bobinas para aplicar *pulsos de campo en dirección axial*, compatible con todos los elementos de un SFM habitual; en segundo lugar *un electroimán* con unas piezas que permiten aplicar campo continuo en el plano de la muestra y por último un prototipo de bobina para aplicar *campo axial de manera continua* gracias a un sistema de refrigeración. En los siguientes apartados se describirá su funcionamiento. Los detalles técnicos están reflejados en un informe interno para la compañía Nanotec [Nanotec - technical notes 4].

Gracias a los trabajos y ensayos realizados en esta tesis, Nanotec electrónica va a comercializar los prototipos desarrollados y en breve estarán en catálogo.

2.4.1 Sistemas experimentales para aplicar campos axiales

Para la aplicación de campos en la dirección axial se han desarrollado dos sistemas: el primero de ellos, nos permite aplicar campos en forma de pulsos de hasta 0.2 T y el

segundo prototipo, sistema único en España, con el que podemos aplicar campos de manera continua hasta 0.08 T gracias a una bobina con un sistema de refrigeración.

2.4.1.a Campo axial en forma de pulsos

i) Descripción

Este sistema se ha utilizado con éxito en algunos experimentos presentados en esta tesis. Se basa en la colocación de una bobina sobre el sistema piezoeléctrico de barrido, encima de la cual se situará la muestra (Ver esquema y fotografía en Figura 2.16) Es importante resaltar la cercanía de la posición de la bobina con el sistema de barrido pese a lo cual no se inducen problemas de estabilidad mecánica ni eléctrica como se detallará a continuación.

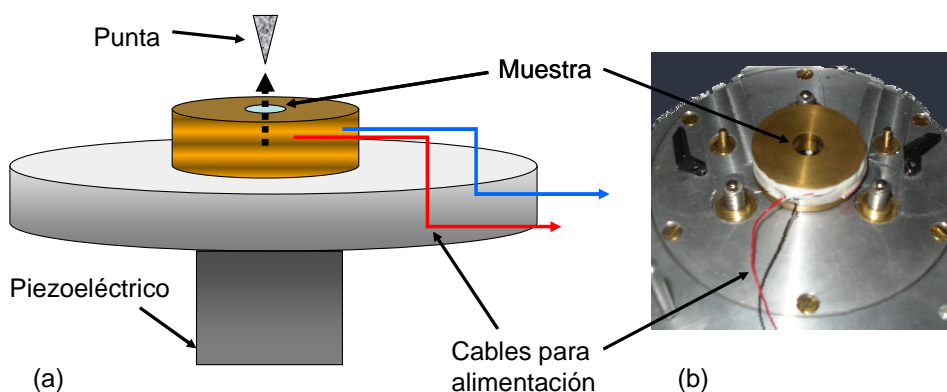


Figura 2.16 (a) Esquema de la situación de la bobina sobre el piezoeléctrico. (b) Fotografía del sistema.

La bobina tiene un cuerpo de aluminio y un enrollado de hilo de cobre de 0.3 mm de diámetro con un recubrimiento de poliuretano fundente. La temperatura máxima en continuo que puede alcanzar es de +120° C, aunque, como explicaremos a continuación no podremos trabajar nada más que en forma de pulsos. Esta bobina presenta un núcleo de hierro dulce en forma de cilindro.

La bobina se alimenta con una fuente bipolar de alimentación con control de tensión y salida en el rango 0-15 V, que a su vez es controlada desde el software WSxM vía la unidad de alto voltaje *Dulcinea*.

ii) Calibración

La curva de calibración se presenta en la Figura 2.17 Como podemos apreciar conseguimos valores de campos mayores a 200 mT. Además, no tenemos una

remanencia apreciable, como se muestra en la ampliación de la zona central (Figura 2.17.b).

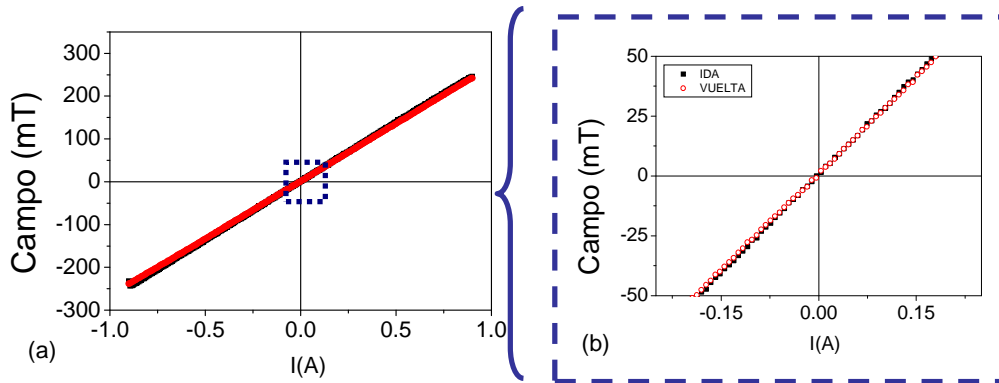


Figura 2.17 (a) Curva de calibración corriente- campo. Se puede realizar un ajuste lineal $H \text{ (mT)} = 290[\text{mT/A}] I(\text{A}) + 0.04 \text{ [mT]}$; (b) Zoom de la zona central para comprobar los efectos de histéresis del núcleo.

El principal inconveniente que presenta este sistema es el calentamiento. En la Figura 2.18.a se muestra la dependencia de la temperatura del sistema con el campo aplicado en continuo durante 30 segundos. Si se tiene en cuenta que para la adquisición de una imagen de MFM se suele necesitar entre 5 y 10 minutos es obvio que al producirse un aumento de temperatura tan acusado no es posible adquirir una imagen con campo aplicado de forma continua con este sistema. En primer lugar, este efecto afectaría a la estabilidad del equipo ya que los efectos de deriva térmica harían imposible medir en la misma región de la superficie y segundo, es probable que en algunas muestras el calentamiento influya también en su estructura de dominios con lo que no podríamos separar los efectos del campo magnético con los efectos térmicos.

Por ello, con este sistema experimental se ha trabajado con campos magnéticos aplicados en forma de pulsos de unos pocos segundos, concretamente entre 1 y 3 segundos (Figura 2.18.b). En este caso, las imágenes que se adquieren son en remanencia tras aplicar un valor determinado de campo magnético sin cambiar de zona de la muestra, lo que permite estudiar los cambios en función de la historia magnética previa *in situ*.

Con este método, se permite tomar imágenes de la misma zona de la muestra sin dificultades, con un desplazamiento entre una imagen y la siguiente despreciable y sin problemas de deriva térmica ni de estabilidad mecánica. Como se ve en la Figura 2.18.b el incremento de temperatura máximo está en torno a unos 5° C tras aplicar varios pulsos de campo largos (3.5 segundos) y sin dejar enfriar el sistema entre pulso y

pulso. En estas circunstancias, teniendo en cuenta el coeficiente de dilatación térmica del Al ($\alpha_L = 2.4 \cdot 10^{-5} \text{ C}^{-1}$) la dilatación ($\Delta x/x$) será despreciable ($1.2 \cdot 10^{-4}$) lo cual hace posible medir sin dificultades. Se ha comprobado también que no se introduce ningún tipo de ruido o inestabilidad por el hecho de estar situada la muestra sobre la bobina, ya que es posible obtener imágenes de resolución atómica.

A lo largo de esta tesis se mostrarán ejemplos de aplicación de este sistema con experimentos descritos en los *Capítulos 3 y 5*.

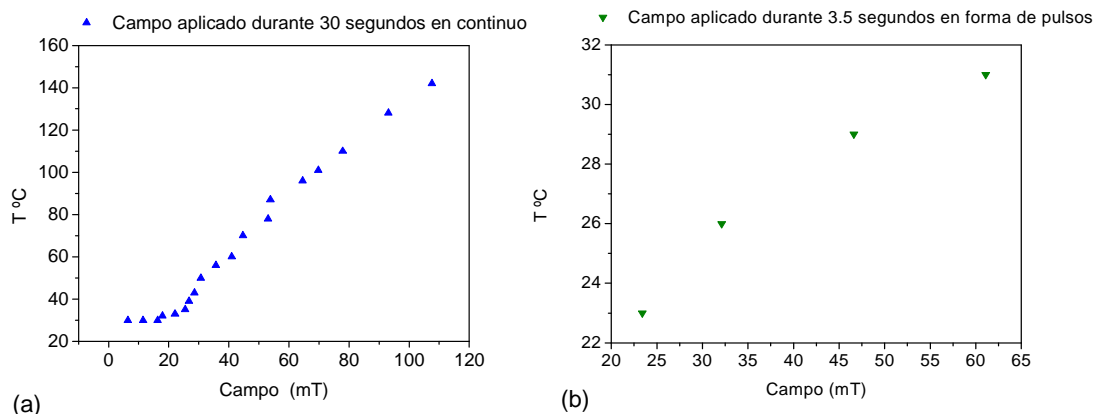


Figura 2.18 (a) Efecto de la temperatura con el campo aplicado de forma continua durante 30 segundos sin dejar enfriar entre punto y punto; (b) Ídem para pulsos de campo de 3.5 segundos; se puede comprobar como el efecto es mucho menos acusado.

2.4.1.b Campo axial en modo continuo.

i) Descripción

Para realizar estudios de procesos de inversión de la imanación es necesario medir bajo campos magnéticos aplicados y no en remanencia. Por ello, se ha dado un paso más y se ha desarrollado, en colaboración con la empresa Nanotec Electrónica un prototipo para aplicar campos magnéticos en la dirección axial de manera continua. La clave de este sistema es que cuenta con un mecanismo de refrigeración que permite aplicar campos durante horas sin tener problemas de calentamiento. Este equipo es novedoso en España (el único que hay en la actualidad) y uno de los pocos que existen en el mundo (ninguno comercial). Para poder implementar este prototipo se han tenido que realizar numerosas modificaciones tanto en la base como en la cabeza del sistema para conseguir valores de campo razonables y una buena estabilidad tanto mecánica como térmica.

En la Figura 2.19 se muestra el esquema y la fotografía del sistema experimental.

Uno de los cambios más significativos ha sido la sustitución de los tornillos micrométricos habituales por otros de latón para minimizar la presencia de piezas magnéticas en las proximidades al campo. Además son más largos para poder situar la bobina y la separación de los tornillos en la base también es mayor que en una base habitual. Con todo ello se ha tenido que cambiar también la cabeza ya que se necesita una de tamaño mayor debido a la separación de los tornillos.

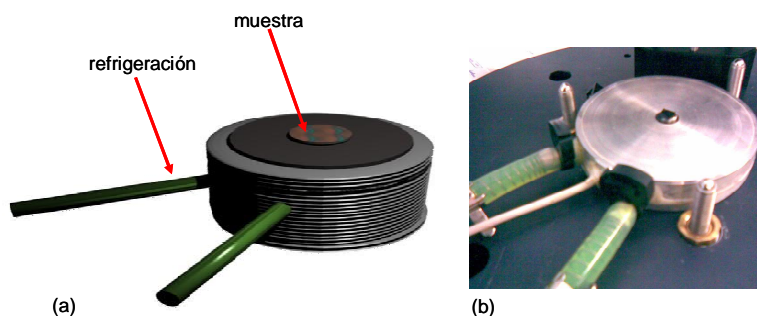


Figura 2.19 (a) Esquema de la bobina con el sistema de refrigeración; (b) fotografía de la bobina axial refrigerada sobre la base del microscopio modificada.

ii) Calibración

La dependencia del campo con la corriente es lineal (Figura 2.20.a). El valor del campo máximo es ligeramente inferior que en la bobina para aplicar campo en forma de pulsos debido a que el número de vueltas es menor por el espacio que ocupa el sistema de refrigeración pero es suficiente para los experimentos que se van a presentar en esta tesis y, a cambio, es posible medir sin dificultades con campo aplicado de manera continua durante horas sin efectos de calentamiento apreciables como se verá a continuación.

También se muestra la dependencia del campo con la distancia z (posición relativa entre punta y muestra) normalizada al valor de campo aplicado (en este caso $B_0 = 17$ mT). Se ha ajustado a una función exponencial para así poder estimar cómo influye por ejemplo el grosor de la muestra. Nótese que en la mayoría de los casos las muestras tienen espesores de 1-2 mm. También es importante resaltar que la distancia entre la punta (y el resto del chip) y la muestra es del orden de 10 nm. Pero, como se puede ver, los efectos de campo están presentes hasta unos 20 mm y por este motivo es imprescindible eliminar y sustituir todas las piezas magnéticas de la cabeza (tornillos de ajuste del fotodiodo), de la base (tornillos micrométricos) y en el *portacantilevers*.

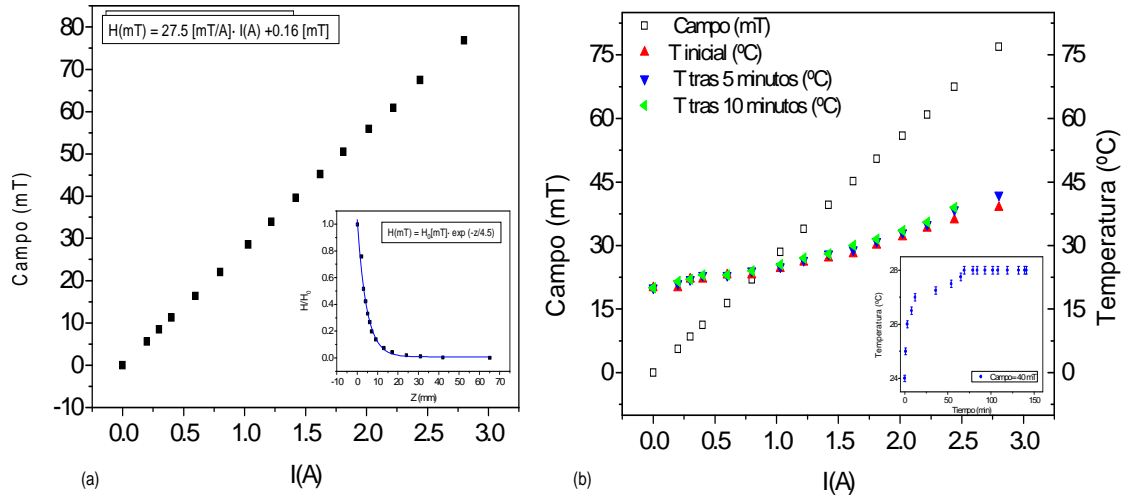


Figura 2.20 (a) Curva de calibración del campo con la corriente aplicada. Se puede hacer un ajuste lineal cuyos parámetros se muestran en la gráfica; (*Inset*) dependencia del campo con la altura z . Se puede ajustar a una exponencial como se muestra en la gráfica normalizada en este caso a $B_0 = 17mT$; (b) Gráfica compuesta donde se muestra la calibración campo- corriente midiendo la temperatura en cada caso en tres tiempos diferentes: $t=0$, 5 y 10 minutos. Entre punto y punto no se deja enfriar el sistema con el fin de que se aproxime lo más posible a un experimento real; (*Inset*) evolución de la temperatura en función del tiempo para un campo dado de 40 mT aplicado durante varias horas.

Un punto crítico en el desarrollo ha sido la optimización del sistema piezoeléctrico de barrido. Al estar situada la bobina sobre él, es muy importante conseguir que todas sus piezas sean amagnéticas para que no se produzcan inestabilidades. También se ha comprobado la ausencia de ruido mecánico debido a la refrigeración. Para verificarlo se han empleado los modos 3D, como se mostrará más adelante en los ensayos de estabilidad.

En cuanto a la estabilidad térmica también se han hecho diferentes pruebas. En primer lugar en la Figura 2.20.b se presenta una gráfica que se aproxima a un experimento real con campo aplicado: se aumenta el valor del campo de 0 a 80 mT, y en cada valor de campo esperamos el tiempo típico de adquisición de una imagen de MFM (10 minutos) y se mide la temperatura a diferentes tiempos: $t = 0$; $t = 5$ minutos y $t = 10$ minutos; como se puede comprobar la temperatura aumenta suavemente ($\Delta T \sim 10^{\circ}C$) teniendo en cuenta además, que entre punto y punto no se deja al sistema enfriar. También se muestra la evolución de la temperatura del sistema en función del tiempo para un valor de campo dado. En este caso el incremento de temperatura, ΔT , es de aproximadamente $4^{\circ}C$ tras aplicar 40 mT de forma constante durante 3 horas.

iii) Ensayos de estabilidad

En los ensayos de estabilidad que se han realizado se ha querido distinguir bien los efectos de las piezas del sistema. Por ello se han escogido punta y una muestra *no magnéticas* de manera que todos los desplazamientos que se produzcan sean debidos a las piezas magnéticas próximas al campo aplicado. La muestra es HOPG (grafito pirolítico), cuya utilización en ensayos de estabilidad en AFM es común dado que presenta una superficie muy plana con escalones monoatómicos (0.7 nm).

La punta empleada será Nanosensors PPP- FM de constante de fuerzas $k = 1.5 \text{ N/m}$ y frecuencia de resonancia en torno a 75 KHz. (Figura 2.21.a).

Una manera precisa de evaluar la estabilidad del sistema es mediante los modos 3D. Como ya se ha explicado previamente, los modos 3D permiten registrar información variada según se defina el eje rápido y lento de barrido. El experimento que se ha realizado es el siguiente: se ha adquirido una imagen de topografía habitual (Figura 2.21.c) de una muestra de HOPG. Se ha escogido una línea de la superficie (línea continua) y en esa línea se ha variado el campo aplicado entre $\pm 30 \text{ mT}$. La Figura 2.21.d se corresponde con un modo 3D realizado en la línea de barrido marcada en la imagen de topografía (línea continua en Figura 2.21.c); en este caso el eje rápido continúa siendo el barrido en x mientras que el eje lento es el campo magnético aplicado en la dirección axial de manera continua entre $\pm 30 \text{ mT}$. La estabilidad que se consigue es de 1.3 nm/mT . Gracias a ello es posible hacer experimentos con campo aplicado de forma continua *in situ* como los que se detallarán en los próximos capítulos. Conseguir esta estabilidad no es en absoluto trivial ya que la presencia de piezas magnéticas en el sistema provoca importantes desplazamientos que pueden interferir y falsear medidas experimentales. A modo de ejemplo, en la Figura 2.21 a y b se muestra el mismo experimento realizado con un sistema comercial en el que no se han sustituido las piezas magnéticas. La imagen correspondiente a la Figura 2.21.b es la topografía de la muestra donde se ha escogido una línea sobre la cual se variará el campo magnético aplicado mediante el modo 3D (Figura 2.21.b). Como se puede apreciar la curvatura del modo 3D es muy acusada, lo que indica que el desplazamiento producido al aplicar campos altos es considerable. Esto, como se verá en los próximos capítulos es algo a tener muy en cuenta si queremos hacer medidas de MFM en estructuras de tamaño nanométrico con campo *in situ*. Por ejemplo si se traza una línea vertical en las imágenes 3D (línea discontinua en Figura 2.21.b y d) para

estudiar como evoluciona alguna magnitud en función del campo aplicado (lo que correspondería a un ciclo de histéresis) mientras que en el primer caso estamos siempre en el mismo punto de la muestra, en el experimento con piezas magnéticas se estaría midiendo dicha magnitud en sitios diferentes de la muestra con lo cual los resultados serían erróneos.

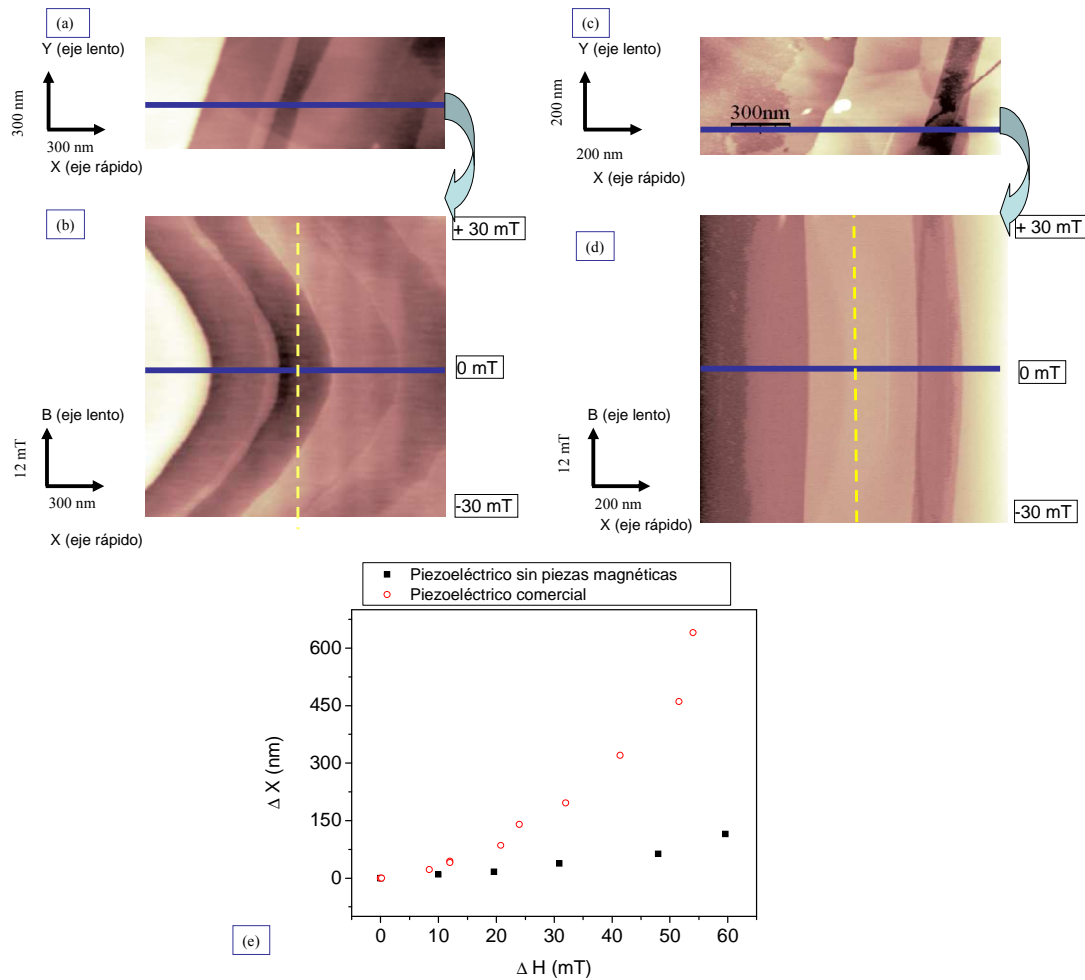


Figura 2.21 (a) Imagen de topografía de una muestra de HOPG. (Tamaño: 300 nm x 300 nm) (b) Imagen de los modos 3D en el que el eje rápido continua siendo el barrido en la dirección x en la línea continua marcada en (a) mientras que en el eje lento se ha variado el campo aplicado entre $\pm 30\text{mT}$ (tamaño: 300nm x 60mT). Experimento realizado con un piezo comercial. Las imágenes de topografía (c) y de los modos 3D (d) se corresponden con el mismo experimento pero adquiridas con un sistema sin piezas magnéticas. El tamaño en este caso es de 200 nm x 200 nm y de 200 nm x 60 mT respectivamente. (e) Representación de los desplazamientos inducidos en función del campo aplicado para sistemas con y sin piezas magnéticas

Además de visualizar la estabilidad mecánica mediante los modos 3D también es necesario cuantificar los desplazamientos. En la Figura 2.21.e se representan los desplazamientos Δx provocados al aplicar campo en ambos sistemas piezoeléctricos, uno en el que se han sustituido todas las piezas magnéticas, y otro estándar. Como ya

se había comentado en el primer caso se tiene una estabilidad de 1.3 nm/mT la cual nos permite estudiar muestras de tamaño nanométrico. En cambio, en el segundo caso los desplazamientos son muy acusados, con una estabilidad de unos 9 nm/mT en promedio.

En resumen, en este apartado se han presentado los dos sistemas para aplicar campo axial que se utilizarán en los experimentos de esta tesis demostrando la importancia de tener una alta estabilidad tanto mecánica como térmica para una correcta interpretación de los resultados. En ambos casos, las modificaciones introducidas en el sistema no han afectado la estabilidad, pudiéndose obtener imágenes de resolución atómica.

2.4.2 Sistema experimental para aplicar campos en el plano

i) Descripción

Los prototipos descritos en el apartado anterior serán los que se empleen para estudiar sistemas con anisotropía axial, de manera que su estructura de dominios cambie al aplicar campo en dicha dirección. Pero habrá ocasiones en las que los sistemas tengan anisotropía en el plano, muchos de los cuales con alto interés en aplicaciones tecnológicas. Por lo tanto también ha sido necesario desarrollar otro modelo, en colaboración con Nanotec Electrónica, que nos permita aplicar campos magnéticos en el plano de las muestras de forma continua.

El esquema aparece en la Figura 2.22.a. Consta de un solenoide de alambre de cobre (diámetro del hilo, $\phi = 0.71$ mm) acoplado con un entrehierro confeccionado de hierro dulce. Se han empleado varios tipos de bobinas con diferentes diámetros de hilo, y distinta geometría de núcleo con el fin de maximizar el valor del campo aplicado y minimizar el valor de la remanencia.

Para implementar este sistema ha sido necesario modificar tanto la base del microscopio como el *portacantilevers*. La modificación más importante de la base ha sido el cambio de los tornillos micrométricos por unos de latón para minimizar la presencia de materiales magnéticos en las proximidades de la muestra (ver fotografía en la Figura 2.22.b). Además se han sustituido todas las partes magnéticas tanto en el *portacantilevers* como en la cabeza y en el sistema de barrido.

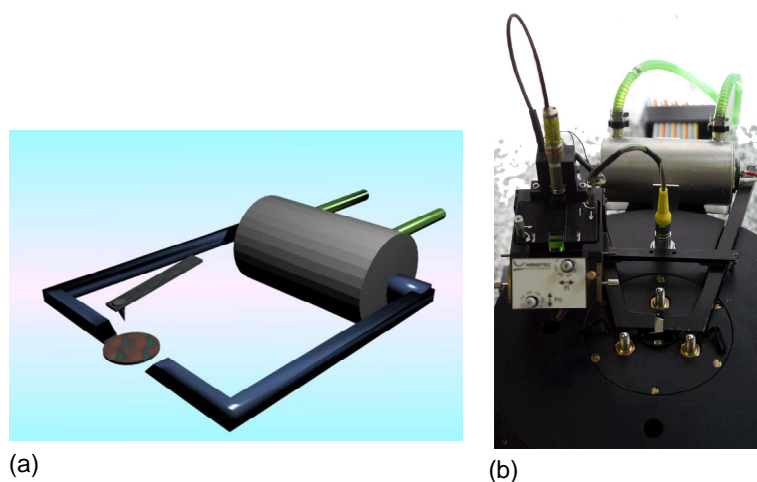


Figura 2.22 (a) Esquema del sistema de aplicación de campo en el plano de la muestra; (b) fotografía del sistema.

ii) Calibración.

Para calibrar el sistema se ha empleado una sonda Hall STB5X (0.020") de pequeño tamaño que permite evaluar con precisión los campos en la posición de la muestra. En la Figura 2.23.a podemos ver una curva de calibración del campo en función de la corriente en la zona en la que se sitúa la muestra. La calibración de este sistema va a depender de cada configuración de los hierros y en particular de la separación entre las piezas magnéticas (el *gap*). Es recomendable repetir la calibración previamente a cada experimento. Como se puede apreciar, las curvas obtenidas tras aumentar y disminuir la corriente son diferentes. Esto es debido a la remanencia del entrehierro que dependerá del campo máximo aplicado. En la Figura 2.23.b se representan los valores de campo remanente en función del campo aplicado, tras desimanar los entrehierros entre cada punto medido experimentalmente. Es importante calibrar este efecto ya que en muestras magnéticamente blandas puede ser determinante. Por este motivo es conveniente antes de cada experimento realizar un proceso de desimanación de los entrehierros. Para ello se desarrolló una aplicación especial del programa WSxM [Horcas 07] en colaboración con el equipo de desarrollo de software de Nanotec Electrónica (Ignacio Horcas, Pablo Ares y Alejandro Gimeno).

La Figura 2.23.c representa la componente del campo en el plano, normalizada al valor en la posición central H_0 ($x = 0, z = 0$) en función de la altura z . Se aprecia un decaimiento exponencial de manera similar a lo que se observaba con el sistema axial. De nuevo hay que considerar que las muestras suelen tener una altura de unos pocos mm (1-2 mm) por lo que el campo será constante en toda la muestra. No obstante se ha realizado un estudio exhaustivo de los valores de campo en posiciones relevantes

[Nanotec technical notes 4] llegando a la conclusión de que tenemos un campo uniforme en la zona de medida pero que dado el alcance del campo aplicado, es preciso sustituir todos los materiales magnéticos presentes en la cabeza, *portacantilevers*, sistema de barrido y base del sistema.

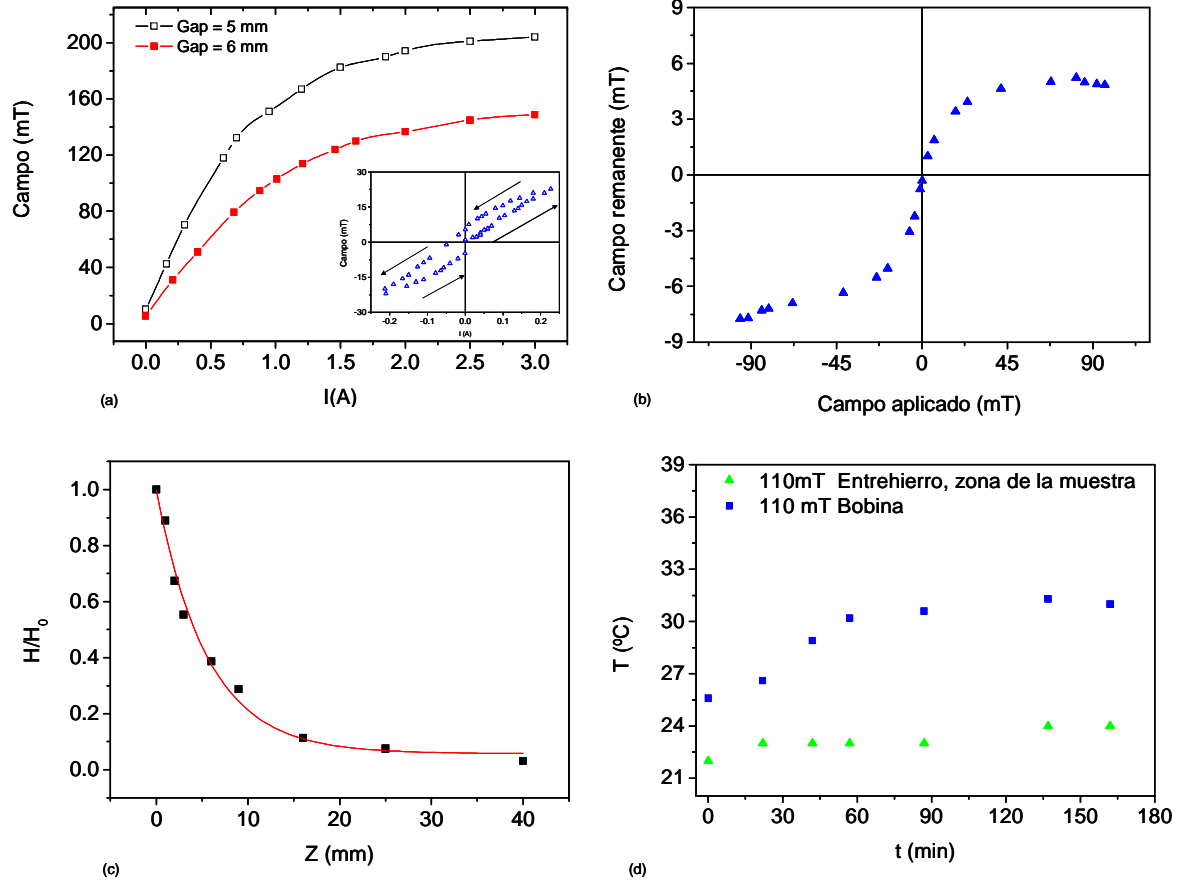


Figura 2.23 (a) Curva de calibración campo frente a corriente en la posición central para diferentes aberturas del gap. Nótese que la curva de ida y de vuelta son diferentes por los efectos de histéresis; (b) campo remanente en función del campo máximo aplicado (entre punto y punto se ha desimanado el sistema) (c) dependencia con la altura z (mm) de la componente en el plano normalizada al valor en la posición central (en este caso $H_0 = 40$ mT); (d) evolución de la temperatura del sistema en dos posiciones relevantes para un campo aplicado de 110 mT de forma constante durante tres horas.

En cuanto a los problemas de calentamiento, en este caso, al estar la bobina lejos de la muestra, los efectos son menos críticos que en el sistema experimental axial donde tanto la muestra como el sistema piezoeléctrico de barrido están muy próximos a la bobina. No obstante se ha medido experimentalmente el incremento de la temperatura para un valor de campo dado (110 mT) durante 3 horas en la propia bobina (con refrigeración) y en la zona de la muestra (Figura 2.23.d). Como se puede apreciar, para este sistema experimental, los efectos de calentamiento son despreciables ya que en la zona de la muestra el incremento de temperatura es de aproximadamente 2°C.

iii) Ensayos de estabilidad

Para verificar la estabilidad mecánica del sistema se ha empleado nuevamente el procedimiento descrito en el apartado anterior para el sistema de aplicación de campos axiales de forma continua, los modos 3D. Se han elegido una muestra patrón (HOPG) y una punta comercial (Nanosensors PPP- FM) no magnéticas. En primer lugar se adquiere una imagen de topografía por el procedimiento habitual (eje rápido, barrido en x ; eje lento, barrido en y) como se muestra en la Figura 2.24.a y ahí se escoge una línea de la superficie en la que se realiza el modo 3D variando en ella el valor de campo magnético (eje rápido, barrido en x ; eje lento, barrido en campo). Como se puede apreciar, en este sistema se ha conseguido también una estabilidad muy alta, ya que apenas se modifica la posición de los escalones, lo que implica que no se están induciendo desplazamientos significativos en la dirección x al aplicar el campo. En concreto, la estabilidad conseguida en este caso es de 0.14 nm/mT como se representa en la gráfica de la Figura 2.24.c. Esto se consigue una vez que se han sustituido todas las piezas magnéticas que podían afectar a las mediciones, sin afectar a la resolución espacial del sistema.

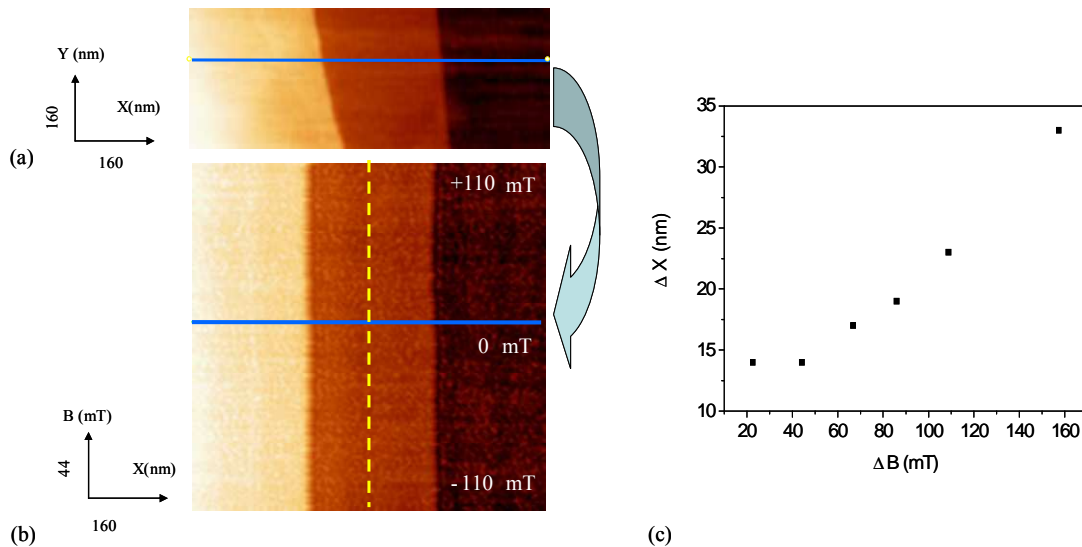


Figura 2.24 (a) Topografía de una muestra de HOPG donde se ha parado el barrido en la línea continua para variar el campo magnético entre ± 110 mT y así obtener una imagen en modo 3D (b) ; (c) desplazamiento en el eje x provocado por la aplicación de campo magnético.

2.5- Conclusiones

En la primera parte de este capítulo se han descrito los fundamentos del SFM en general y del MFM en particular. El MFM será la herramienta de caracterización que se empleará en los siguientes capítulos para el estudio de nanoestructuras magnéticas con distintas propiedades. Se han comentado los diferentes modos de medida, en particular los denominados modos 3D que serán de gran utilidad para diversos experimentos en esta tesis dado que nos van a proporcionar una información muy completa y variada tan sólo cambiando los ejes de barrido (caracterización de estabilidad, curvas *F-Z* o *A-Z*, ciclos de histéresis *in situ*, etc.)

En la segunda parte se ha descrito en detalle todo el desarrollo instrumental que se ha llevado a cabo en estos años para el diseño, montaje y puesta a punto del denominado VF -MFM (*Variable Field Magnetic Force Microscopy*). En colaboración con Nanotec Electrónica se han desarrollado varios prototipos de sistemas de bobinas que permitan la aplicación de campos magnéticos *in situ*, tanto en el plano como en la dirección axial a las muestras durante la operación normal del microscopio. Gracias a este sistema, como se verá en los siguientes capítulos, el MFM se convierte en una herramienta muy versátil ya que no sólo nos permite caracterizar la estructura de dominios de las muestras sino que se pueden estudiar procesos de imanación a escala nanométrica y hacer manipulaciones a nivel local.

Lo más relevante de este sistema frente a otros equipos similares es la capacidad de variar de manera controlada el valor de campo aplicado mientras se toman imágenes lo que nos permite, con herramientas como los ya mencionados modos 3D realizar ciclos de histéresis locales con el microscopio.

Para conseguir este objetivo ha sido necesario establecer una serie de cambios en el sistema experimental convencional de manera que se obtenga una alta estabilidad tanto mecánica como térmica que permita hacer compatible la presencia de campos magnéticos con la resolución y sensibilidad necesarias para las medidas.

2.6- Referencias

- [Asenjo 00] A. Asenjo, D. García, J. M. García, C. Prados, M. Vázquez, *Phys. Rev. B* **62**, (2000) 6538 - 6544
- [Asenjo 01] A. Asenjo, J.M. García, M. Vázquez, *Recent Res. Devel. Magnetism*, **2** (2001) 25- 34
- [Asenjo 06] A. Asenjo, M. Jaafar, E. Carrasco and J. M. Rojo, *Phys. Rev. B* **73** (2006) 075431
- [Asylum] www.AsylumResearch.com
- [Bai 04] J. Bai, H. Saito, S. Ishio, *J. Appl. Phys.* **96** (10) (2004) 5924-5926
- [Binning 82] G. Binning, H. Rohrer *Helv. Phys. Acta.***55** (1982) 726
- [Binning 86]: G. Binning, C.F. Quate, C.H. Gerber, *Phys. Rev. Lett.* **56** (1986) 930
- [Bode 03] M Bode, *Rep. Prog. Phys.* **66** (2003) 523–582
- [Budget sensors Techn.] Technical Notes Budget Sensors
- [Bukharaev 04] A.A. Bukharaev, D.A. Biziaev, P. A. Borodin, D.V. Ovchinnikov, *Phys. Low- Dim. Struc.*, **1/2** (2004) 153- 158
- [Carrasco 06] C. Carrasco, A. Carreira, I. A. T. Schaap, P. A. Serena, J. Gómez-Herrero, M. G. Mateu, P. J. de Pablo, *PNAS* **103** (2006) 13706–13711
- [Cleveland 98] J. P. Cleveland, B. Anczykowski, A. E. Schmid, V. B. Elings *Appl. Phys. Lett.* **72** (1998) 2613
- [Colchero 98] J. Colchero, A. Storch, M. Luna, J. Gmez Herrero, and A. M. Baró. *Langmuir* **14** (9) (1998) 2230-2234
- [Dürig 92] U. Dürig, O. Züger, A. Stalder; *J. Appl. Phys.* **72** (1992) 1778
- [García- Martín 99] José Miguel García Martín Tesis doctoral. Universidad Complutense de Madrid, 1999
- [García - Martín 02] J.M. García, A. Thiaville, J. Miltat, *J. Magn. Magn. Mater.* **249** (2002) 163
- [García 02]: R. García, R. Pérez *Surface Science reports* **47** (2002) 197-301
- [Gómez – Navarro 02] C. Gómez-Navarro, A. Gil, M. Álvarez, P.J. De Pablo, F. Moreno-Herrero, I. Horcas, R. Fernández, J. Colchero, J. Gómez-Herrero, A. M. Baró, *Nanotechnology* **13** (2002) 314
- [Gómez 98] R. D. Gomez, A. O. Pak, A. J. Anderson, E. R. Burke, A. J. Leyendecker, and I. D. Mayergoyz, *J. Appl. Phys.* **83** (11) (1988) 6226
- [Gómez 99] R.D. Gomez, T. Luu, A.O. Pak, I.D. Mayergoyz, K.J. Kirk, J.N. Chapman, *J. Appl. Phys.* **85** (1999) 4598
- [Green 04] C. P. Green, H. Lioe, J. P. Cleveland, R. Proksch, P. Mulvaney, J. E. Sader, *Rev. Sci. Instrum.* **75** (2004) 1988
- [Grutter 92] P. Grutter H. J. Mamin, O. Rugar, ‘Magnetic Force Microscopy’, Cap. 5 de: Scanning Tunneling Microscopy II, Eds.: R. Wiesendanger, H. J. Guntherodt, Springer Series in Surface Sciences, Heidelberg (1992)

- [Guggisberg 00] M. Guggisberg, M. Bammerlin, Ch. Loppacher, O. Pfeiffer, A. Abdurixit, V. Barwich, R. Bennewitz, A. Baratoff, E. Meyer, H.-J. Güntherodt, *Phys. Rev. B* **61** (2000) 151
- [Hartmann 88] U. Hartmann, *J. Appl. Phys.* **64** (1988) 1561
- [Horcas 07] I. Horcas, R. Fernández, J.M. Gómez-Rodríguez, J. Colchero, J. Gómez-Herrero, A. M. Baró, *Rev. Sci. Instrum.* **78** (2007) 013705
- [Hubert 97] A. Hubert, W. Rave, S.L. Tomilson, *Phys Stat. Sol. B.* **204** (1997) 817
- [Hug 96] H. J. Hug, G. Bochi, D. I. Paul, B. Stiefel, A. Moser, I. Parashikov, A. Klicznik, D. Lipp, H.-J. Güntherodt, R. C. O’Handley, *J. Appl. Phys.* **79** (1996) 5609
- [Koblischka 03] M.R. Koblischka, U. Hartmann, *Ultramicroscopy* **97** (2003) 103–112
- [Koblischka 04] M.R. Koblischka, U. Hartmann, T. Sulzbach, *J. Magn. Magn. Mat.* **272–276** (2004) 2138–2140
- [Koblischka 07] M.R. Koblischka, M. Kirsch, J. Wei, T. Sulzbach, U. Hartmann *J. Magn. Magn. Mat.* **316** (2007) e666–e669
- [Kuo 01] Kuo H V, Dahlberg E D and Merton C A *J. Magn. Magn. Mat.* **226** (2001) 2046
- [Li 01]: S.P. Li, D. Peyrade, M. Natali, A. Lebib, Y. Chen, U. Ebels, L.D. Buda, K. Ounadjela, *Phys. Rev. Lett.* **86** (2001) 1102
- [Liebmann 05] M. Liebmann, A. Schwarz, U. Kaiser, R. Wiesendanger, D W Kim, T W. Noh *Phys. Rev. B* **71** (2005) 104431
- [Lohau 01] J Lohau, A. Carl, S. Kirsch, E.F. Wassermann, *Appl. Phys. Lett.* **78** (14) (2004) 2020
- [Löhdorf 96] M. Löhdorf, A. Wadas, H. A. M. van den Berg, R. Wiesendanger; *Appl. Phys. Lett.* **68** (25) (1996) 3635
- [Mamin 88] H. J. Mamin, D. Rugar, J. E. Stern, B. D. Terris, S. E. Lambert, *Appl. Phys. Lett.* **53** (1988) 1563
- [Martín 87] Y. Martín H.K. Wickramasinghe, *Appl. Phys. Lett.* **50** (1987) 1455
- [Martínez 06] N. F. Martínez, R. García, *Nanotechnology* **17** (2006) S167–S172
- [Meyer 04] E. Meyer, H.J. Hug, R. Bennewitz, “Scanning Force Microscopy. The lab on a tip”, Springer – Verlag, Berlín (2004).
- [Moreno-Herrero 05] F. Moreno-Herrero, M. de Jager, N. H. Dekker, R. Kanaar, C. Wyman, C. Dekker, *Nature* **437** (2005) 440–443.
- [Munuera 06] C. Munuera, C. Ocal, *The Journal of Chemical Physics* **124** (2006) 206102
- [Munuera 07] C. Munuera, E. Barrena, C. Ocal, *Nanotechnology* **18** (2007) 125505
- [Nanotec] [www. Nanotec.es](http://www.Nanotec.es)
- [Nanotec tech1] Technical notes, Technical specifications of Nanotec SPM head
- [Nanotec- technical notes 2] Technical notes, Technical specifications of Nanotec SPM scanners
- [Nanotec- technical notes 3] Technical notes, Technical specifications of Nanotec SPM control system (electronics)
- [Nanotec - technical notes 4] Informe interno del sistema VF- MFM

- [Navarro 08] V. Navarro, O. Rodríguez de la Fuente, A. Mascaraque, J. M. Rojo, *Phys. Rev. B* **78** (2008) 224107
- [NT- MDT]- www.ntmdt.com
- [Palacios – Lidon 05] E. Palacios-Lidón, J. Abellán, J. Colchero, C. Munuera, C. Ocal, *Appl. Phys. Lett.* **87** (2005) 154106
- [Pierce 88] D. T. Pierce, *Phys. Scr.* **38** (1988) 29
- [Proksch 95] R. Proksch, E. Runge, P. K. Hansma, S. Foss, B. Walsh, *J. Appl. Phys.* **78** (5) (1995)
- [Proksch 96] R. Proksch, G. D. Skidmore, E. D. Dahlberg, S. Foss, J.J. Schmidt, C. Merton, B. Walsh, M. Dugas, *Appl. Phys. Lett.* **69** (17) (1996) 2599
- [Rave 98] W. Rave, E. Zueco, R. Schäfer, A. Hubert, *J. Magn. Magn. Mat.* **177-181** (1998) 1474-1475
- [Rugar 90] D. Rugar, H. J. Mamin, P. Guethner, S. E. Lambert, J. E. Stern, I. McFadyen, T. Yogi, *J. Appl. Phys.* **68** (1990) 1169
- [Sader 99] J. E. Sader, J. W. M. Chon, P. Mulvaney, *Rev. Sci. Instrum.* **70** (1999) 3967
- [Saenz 87] J.J. Sáenz, N. García, P. Grütter, E. Meyer, H. Heinzelmann, R. Wiesendanger, L. Rosenthaler, H.R. Hidber, H.J. Güntherodt, *J. Appl. Phys.* **62** (1987) 4293
- [Sugimoto 07] Y. Sugimoto, P. Pou, M. Abe, P. Jelinek, R. Pérez, S. Morita, O. Custance, *Nature* **446** (2007) 64-67
- [Tamayo 98] J. Tamayo, R. García. *Appl. Phys. Lett.* **73**(1998) 2926
- [Yu 03] J. Yu, J. Ahner, D. Weller, *Appl. Phys. Lett.* **83** (20) (2003) 4208
- [Yu 04] J. Yu, J. Ahner, D. Weller, *Appl. Phys.* **96** (2004) 494
- [Zhong] H. Zhong, W. Peng, G. Tarrach, A. Drechsler, J. Jiang, D. Wei, J. Yuan *J. Phys. D: Appl. Phys.* **41** (2008) 085002
- [Zhu 02] Xiaobin Zhu, “Magnetic Force Microscopy Studies of Submicron and Nanoscale Magnet Arrays” Tesis doctoral, McGill University Canadá, 2002
- [Zueco 99] E. Zueco, W. Rave, R. Schäfer, M. Mertig, L. Schultz, *J. Magn. Magn. Mat.* **196-197** (1999) 115-117

3- PUNTAS MAGNÉTICAS

3.1- Introducción

3.2- Modelos de interacción punta - muestra

- 3.2.1 Caso General.**
- 3.2.2 Aproximación tipo Dipolo**
- 3.2.3 Aproximación tipo Monopolo**

3.3- Análisis de puntas comerciales

- 3.3.1 Datos técnicos. Muestra de referencia**
- 3.3.2 Caracterización *in situ* mediante imágenes de MFM**
- 3.3.3 Ciclos de histéresis obtenidos con los modos 3D**
- 3.3.4 Estimación de los campos creados**

3.4- Puntas magnéticas recubiertas por sputtering

- 3.4.1 Deposición a presión y cantidad de material variable.
Tiempo constante**
- 3.4.2 Deposición a presión y tiempo variable. Cantidad de
material constante**
- 3.4.3 Deposición a tiempo y cantidad de material variable.
Presión constante**

3.5- Conclusiones

3.6- Anexo Tablas

3.7- Referencias

3.1- Introducción

El MFM es una técnica para el estudio del magnetismo de superficie a escala nanométrica. Se basa en medir la fuerza de interacción entre una sonda magnética (punta) y el campo magnético que produce una muestra también magnética. En general, se suele trabajar en el modo dinámico, en el cual la micropalanca (*cantilever*) oscila a su frecuencia de resonancia y se registran los cambios en la amplitud (A), fase (Φ) y frecuencia (ω). Estos tres parámetros se pueden determinar experimentalmente y son proporcionales al gradiente de fuerzas $\partial F/\partial z$ (Capítulo 2) pero una interpretación cuantitativa de las imágenes es, a día de hoy todavía difícil y requiere recurrir a aproximaciones teóricas, simulaciones o modelos micromagnéticos.

La cuestión que surge es qué tipo de información acerca de las propiedades magnéticas de la muestra se puede obtener conociendo el valor de $\partial F/\partial z$ (la derivada de la fuerza de interacción magnética respecto a la dirección vertical z). Desde un punto de vista cualitativo, para una correcta interpretación de las imágenes se requerirá un conocimiento detallado de las propiedades de la micropalanca y de la punta empleada. Actualmente el tipo de puntas magnéticas utilizadas se basan en recubrimientos tipo lámina delgada aunque en la literatura aparecen otras alternativas. Los primeros trabajos se basaban en hilos ferromagnéticos como por ejemplo, el trabajo de Martin y Wickramasinghe en 1987 [Martin 87] donde se utilizaba un hilo de hierro de 1 mm de largo y 25 μm de diámetro con una punta de 1000 Å de diámetro obtenida por métodos químicos o también hilos de tungsteno recubiertos por material magnético. Comparando distintos métodos de fabricación de puntas (deposición por *sputtering* o *ion milling*) está el trabajo de Liou [Liou 99]. Otras propuestas como la de Rührig y colaboradores en [Rührig 94] se basan en la preparación de puntas con un buen *aspect ratio*, depositando por haz de electrones “agujas” de carbono recubiertas por el material magnético adecuado. Igualmente se han hecho imágenes con puntas acabadas en nanohilos magnéticos como en el trabajo de García Martín [García-Martín 04] en el que hilos de Co de 40 nm de diámetro en disolución se adhieren a una punta estándar de Si tras aplicar ciertos valores de campo eléctrico. No obstante, en general todos estos métodos son tediosos y no suponen una clara ventaja sobre las puntas comerciales o sobre la deposición por *sputtering* de material magnético sobre puntas de Si.

Cuando se elige un tipo de punta para un experimento en particular, hay diversos factores a tener en cuenta, como por ejemplo, los momentos magnéticos de punta y muestra, los campos coercitivos de ambas, el radio de la punta, etc. Una manera de aumentar la sensibilidad de la punta, es incrementar el espesor del recubrimiento magnético o bien, emplear materiales con un mayor momento magnético, pero eso supone a su vez aumentar el campo que crea dicha punta (conocido en la literatura como *stray field*) de tal modo que se puede empezar a tener perturbaciones en la estructura magnética de la muestra. Además, un espesor mayor implica reducir la resolución espacial dado que se incrementa el radio final de la punta. Es decir, para optimizar la respuesta del MFM se necesita llegar a un compromiso entre diversos factores que dependerán de cada experimento concreto. Por tanto, teniendo en cuenta estos parámetros, y conociendo el valor de $\partial F/\partial z$ se puede obtener información cualitativa de las propiedades magnéticas de las muestras a estudio.

Una de las dificultades del MFM surge cuando se quiere tener un análisis cuantitativo de los datos experimentales. En tal caso hay que recurrir a modelos físicos que describan las puntas magnéticas y su interacción con el campo externo; en definitiva hay que entender el proceso de formación de las imágenes. Generalmente dicho proceso puede dividirse en tres categorías (como hacen por ejemplo Hug y colaboradores en [Hug 98]): en primer lugar, el caso de materiales magnéticos duros, en los que punta y muestra no se perturban durante el proceso de barrido; en segundo lugar está el caso de materiales magnéticos blandos, en los que bien la imanación de la muestra o bien la de la punta están definidos por la posición entre ambas, y con ello, la estructura de dominios de la punta o de la muestra (proceso libre de histéresis); por último, se tiene el caso intermedio en el que la imanación de la punta y de la muestra se influyen mutuamente, cambiando de forma discontinua e histerética. En general, en la literatura se han desarrollado diferentes modelos de puntas, siendo los más extendidos las aproximaciones dipolar y monopolar.

Diversos grupos trabajan en estos temas tanto a nivel teórico como experimental. Dado que la imagen final obtenida dependerá del volumen activo de la punta se ha tratado de entender su funcionamiento bien mediante modelos micromagnéticos (como el trabajo de Tomilson y colaboradores [Tomilson 97]), aproximaciones teóricas (ver como ejemplo de referencia el trabajo de Hartmann [Hartmann 89] que se tratará en más detalle en la sección 3.2) o trabajos experimentales. Entre estos últimos se pueden distinguir aquellos que emplean técnicas de calibración externas, sin usar el propio

microscopio (*ex situ*) y los que se basan en imágenes adquiridas directamente por MFM (*in situ*) como se verá más en detalle en el apartado 3.3.2.

El trabajo que se va a describir en este capítulo está motivado por el tipo de experimentos que se han realizado a lo largo de esta tesis. Se han analizado dos conceptos clave: el comportamiento de las puntas bajo campos magnéticos aplicados *in situ*, tanto en el plano como en la dirección axial (campos coercitivos, modificación del volumen activo, etc) y la estimación de los campos que crean dichas puntas (*stray field*) sobre las muestras tanto en remanencia como en presencia de campo constante. Para ambos experimentos se tomarán muestras de referencia con sus propiedades magnéticas bien conocidas con el fin de estudiar los comportamientos de las puntas (un disco duro comercial y un conjunto de nanohilos magnéticos ordenados en una membrana de alumina porosa).

En los experimentos que se presentarán en esta tesis se han empleado dos tipos de puntas: las de bajo momento, aquellas diseñadas con el objetivo de producir pocas perturbaciones en la muestra, y las puntas “estándar” que nos proporcionan una razonable relación de resolución y sensibilidad pero que en ocasiones modifican la estructura de dominios de las muestras. En este capítulo, además del estudio de las características y propiedades magnéticas de las puntas comerciales más utilizadas, gracias a la puesta a punto de un sistema de *sputtering*, se han diseñado, fabricado y estudiado diferentes tipos de recubrimientos magnéticos variando las condiciones de deposición (presión, cantidad de material, tiempo) de tal modo que se puede conseguir un amplio rango en las propiedades magnéticas de las puntas, pudiéndose optimizar la elección para cada experimento.

3.2- Modelos de interacción punta - muestra

En esta sección se van a introducir brevemente los modelos de punta que aparecen en la literatura con más frecuencia. Se puede establecer una primera clasificación basándonos en el tipo de recubrimiento que se emplee: magnéticamente duro, blando o paramagnético. Dentro del primer tipo, el más habitual por otra parte, se pueden establecer varias aproximaciones: un modelo general de interacción entre una micropalanca con el campo magnético creado por la muestra, aproximación de tipo dipolo puntual y aproximación tipo monopolo. Estos tres casos son en los que se

centrará la atención de este apartado. Un resumen de estos conceptos se puede encontrar, por ejemplo, en [NT-MDT Appl].

3.2.1 Caso General.

Conocido el campo magnético que crea una muestra dada, $H(r)$, la fuerza que actúa sobre la micropalanca magnética F (y su derivada $\partial F/\partial n$ respecto a la dirección n) pueden ser calculadas mediante las siguientes integrales extendidas al volumen de la capa ferromagnética V_c :

$$F = \int_{V_c} \nabla_r (M_T(r_v) \cdot H(r + r_v)) dV \quad (3.1)$$

$$\frac{\partial F}{\partial n} = \int_{V_c} \nabla_r (n \cdot \nabla_r (M_T(r_v) \cdot H(r + r_v))) dV \quad (3.2)$$

donde $M_T(r_v)$ es el momento magnético por unidad de volumen de la capa magnética de la micropalanca, $H(r + r_v)$ es el campo magnético que crea la muestra, r es el vector que corresponde a la posición de la punta, r_v el vector correspondiente a la unidad de volumen de momento magnético relativo a r y n el vector normal a la superficie de la punta, colineal con su eje de simetría (Figura 3.1).

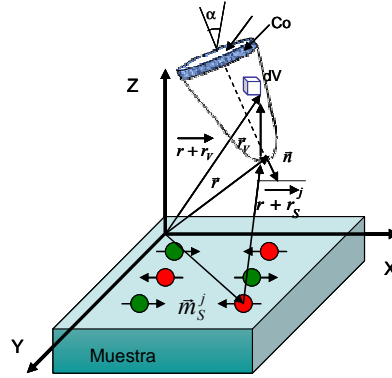


Figura 3.1 Esquema del modelo para calcular la fuerza (y su derivada) que actúa sobre la punta

Si el vector n es paralelo al eje Z , en tal caso es posible reescribir las ecuaciones anteriores de la fuerza, F y su derivada como:

$$F = \int_{V_c} \left(M_{TX} \frac{\partial H_X}{\partial z} + M_{TY} \frac{\partial H_Y}{\partial z} + M_{TZ} \frac{\partial H_Z}{\partial z} \right) dV \quad (3.3)$$

$$\frac{\partial F}{\partial z} = \int_{V_c} \left(M_{TX} \frac{\partial^2 H_X}{\partial z^2} + M_{TY} \frac{\partial^2 H_Y}{\partial z^2} + M_{TZ} \frac{\partial^2 H_Z}{\partial z^2} \right) dV \quad (3.4)$$

El campo magnético que emana de la muestra, $H(r)$ se puede calcular de dos maneras. Si la muestra se divide en dominios magnéticos elementales m_s^j , sumando el campo creado en cada punto del espacio r por cada dominio tenemos:

$$H(r) = \sum_j \left[\frac{3(r - r_s^j)(m_s^j \cdot (r - r_s^j))}{|r - r_s^j|^5} - \frac{m_s^j}{|r - r_s^j|^3} \right] \quad (3.5)$$

donde r_s^j es la distancia desde el origen del dominio magnético m_s^j .

De acuerdo con la teoría clásica del electromagnetismo, el campo magnético $H(r)$ se puede determinar también por la siguiente ecuación:

$$H(r) = \int_{\text{volumen muestra}} \nabla \cdot M_s(r_s) \frac{(r - r_s)}{|r - r_s|^3} dV_s + \int_{\text{área muestra}} n_s \cdot M_s(r_s) \frac{(r - r_s)}{|r - r_s|^3} dS_s \quad (3.6)$$

donde r_s es la distancia desde el origen de $M_s(r)$, que se corresponde con el dominio magnético de la muestra y n_s es el vector normal a la superficie de la muestra.

Si se sustituyen los valores de $H(r)$ determinados a partir de las expresiones (3.5) y (3.6) en las ecuaciones (3.1) y (3.2) se obtienen los valores de la fuerza y su derivada. Este modelo describe un caso general en el que se necesitan conocer las características magnéticas de la muestra en un punto del espacio. Su validez está limitada a puntas y muestras en los que las perturbaciones mutuas sean despreciables (se puede profundizar más acerca de este tema en el trabajo de Hartmann, [Hartmann 88])

3.2.2 Aproximación tipo Dipolo

Este modelo se basa en el trabajo teórico de Hartmann [Hartmann 89] que considera las propiedades magnéticas de la punta como un dipolo de momento magnético efectivo m_{ef} con el vector de posición r_m como se aprecia en la Figura 3.2.

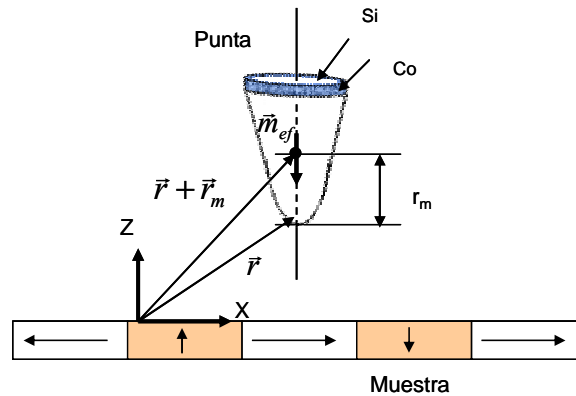


Figura 3.2- Esquema de la aproximación de tipo dipolo

Si se considera el caso general en el que la posición de la punta es perpendicular a la superficie, las expresiones (3.3) y (3.4) del caso general descrito en el apartado 3.2.1 se pueden describir para la aproximación del dipolo puntual como:

$$F(r) = m_{ef} \cdot \frac{\partial H(r + r_m)}{\partial z} \quad (3.7)$$

$$\frac{\partial F(r)}{\partial z} = m_{ef} \cdot \frac{\partial^2 H(r + r_m)}{\partial z^2} \quad (3.8)$$

De esta forma, tanto la fuerza como su derivada dependen únicamente del campo magnético en la posición $r + r_m$, donde se sitúa el dipolo.

No obstante, para determinar cuando este modelo es aplicable, se debe comparar la expresión (3.7) con la (3.3) del modelo general. Resumiendo y simplificando del trabajo de Hartmann, se puede decir que debe verificarse:

$$l^2 / \xi^2 \ll 1 \quad (3.9)$$

siendo l una longitud característica de la punta (dimensión lineal del área de la punta que interactúa con el campo magnético) y ξ , una escala característica de la variación del campo (la distancia a la cual los cambios en el valor del campo son del mismo orden que el propio campo).

El inconveniente de este modelo radica en que los parámetros r_m y m_{ef} dependen de las características particulares de la muestra a estudio. Es decir, deben ser determinados experimentalmente para cada punta conociendo el valor del campo magnético. Por ejemplo, Lohau y colaboradores [Lohau 99] emplean anillos de corriente fotolitografiados en un sustrato de tal modo que, conocido el campo que emana de dicha muestra mediante la ley de Biot- Savart, miden el desfase de la oscilación a diferentes alturas, el cual se relaciona con $\partial F / \partial z$ y a su vez con las derivadas del campo magnético de la muestra. Por ejemplo, en [Mc Vitie 01] encontramos un valor de $5.10 \cdot 10^{-15} \text{ A m}^2$ para el momento m_{ef} para una distancia típica de $0.3 \text{ }\mu\text{m}$ mientras que en [Kebe 04] se obtienen los valores de $8.3 \cdot 10^{-14} \text{ A m}^2$ y $0.87 \text{ }\mu\text{m}$ respectivamente.

Por lo tanto, este modelo es útil para tener una interpretación cualitativa de las imágenes pero es complicado obtener de él información cuantitativa si se emplean las puntas típicas de Si recubiertas de material magnético.

3.2.3 Aproximación tipo Monopolo

Otro modelo alternativo para describir la interacción entre la micropalanca y el campo magnético de la muestra consiste en considerar la punta como un cilindro de longitud

L y radio R uniformemente imanado en su superficie lateral a lo largo del eje Z como se muestra en la Figura 3.3.

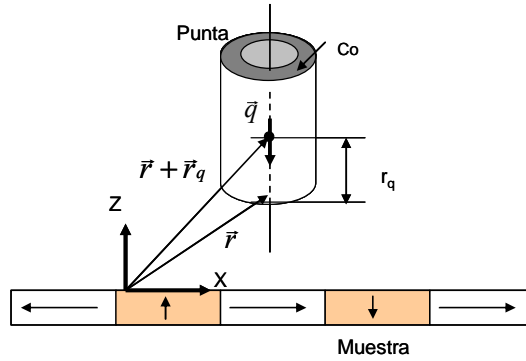


Figura 3.3- Esquema de la aproximación de tipo monopolo

Si se supone que la longitud de atenuación del campo magnético ξ es mucho menor que L entonces el campo magnético en la parte superior de la punta se puede aproximar a $H_z(r+ZL) \rightarrow 0$. Si dentro del radio de la punta R se considera el campo H independiente de X e Y , y considerando la expresión del modelo general (apartado 3.2.1) se puede escribir la fuerza actuando sobre la punta a lo largo del eje Z como:

$$F_z(r) = \frac{m}{L} \int_0^L \frac{\partial H_z(r + Zz)}{\partial z} dz = \frac{m}{L} (H_z(r + ZL) - H_z(r)) = -\frac{m}{L} H_z(r) \quad (3.10)$$

donde m es el momento magnético total del cilindro. Si la condición $\xi \ll L$ no se cumple, es decir si la longitud de la punta es finita en tal caso la fuerza se reescribe como:

$$F_z(r) = q H_z(r + r_q) \rightarrow \frac{\partial F_z(r)}{\partial z} = q \frac{\partial H_z(r + r_q)}{\partial z} \quad (3.11)$$

siendo $q = -m/L$, el momento magnético por unidad de longitud del cilindro (carga del monopolo) situada a una distancia r_q respecto al final de la punta. Estos dos parámetros, q y r_q son los que definen las propiedades magnéticas de la punta en este modelo. Los valores que encontramos en la literatura son por ejemplo de, $1.5 \cdot 10^{-8}$ A/m y $0.2 \mu\text{m}$ respectivamente en el trabajo de Mc Vitie y colaboradores [Mc Vitie 01] o de $5.3 \cdot 10^{-8}$ A/m y $0.42 \mu\text{m}$ según [Kebe 04].

Es decir, esta aproximación tiene, como en el caso de la aproximación tipo dipolo, la dificultad de interpretar cuantitativamente los datos dado que los parámetros del monopolo efectivo dependen de las características propias de la muestra a estudio. Se deben usar, como en el caso anterior, muestras cuyos campos sean conocidos para

ajustar experimentalmente los valores de q y r_q . Este modelo funciona bien a poca distancia de la superficie de la muestra donde el campo decae lentamente.

3.3- Análisis de puntas comerciales

En la actualidad, existe una amplia oferta de puntas para el MFM (tanto comerciales como de fabricación propia). Según el tipo de material a estudio serán necesarias unas características concretas tanto de la micropalanca como de la punta y del recubrimiento magnético. Una correcta elección es a menudo un tema complicado y depende muchas veces de la experiencia del investigador.

En primer lugar, dado que la forma habitual de trabajo en el MFM es con los modos dinámicos, se requieren micropalancas adecuadas para trabajar en no contacto o contacto intermitente. Suelen ser rectangulares, con constantes de fuerzas entre 1- 5 N/m. El radio de punta es ligeramente mayor que las no magnéticas debido a la capa del recubrimiento. En cuanto a las propiedades magnéticas lo más importante es tener alternativas para evaluar el momento magnético por unidad de volumen, que estará relacionado con el campo que producen las puntas. El otro factor importante es la coercitividad del recubrimiento. Con el objetivo de caracterizar estos parámetros, en la literatura se han propuesto varias técnicas, como se verá el apartado 3.3.2. En nuestro caso, se realizará un estudio sistemático de las diferentes puntas comerciales empleando el VF- MFM. Para ello, en primer lugar, se van a detallar las características técnicas de las puntas y micropalancas de diferentes compañías (Veeco, Nanosensors, Micro- masch, NT- MDT y Budget Sensors). A continuación se describirá la muestra de referencia, un disco duro comercial y los distintos métodos propuestos para evaluar el campo coercitivo y el *stray field*.

3.3.1 Datos técnicos. Muestra de referencia

i) Características geométricas de las puntas

Dada la variedad de características que presentan las micropalancas y puntas comerciales se ha querido realizar un estudio sistemático de las mismas. Los detalles técnicos que proporcionan las compañías ([veeco], [Nanosensors], [Micro- masch], [NT-MDT] y [Budget sensors]) se resumen en la Tabla 3-8 (ver Anexo al final de este capítulo). No obstante, es necesario tener en cuenta que la información facilitada son

siempre valores promedio, en especial los de radio final de las puntas, frecuencia de resonancia y constante de fuerzas.

Hemos establecido una clasificación entre las micropalancas y puntas que se van a estudiar en este capítulo en base a la geometría y a la frecuencia de resonancia. El primer grupo estaría constituido por puntas con geometría piramidal de base poligonal con frecuencia de resonancia en torno a 75 KHz (correspondientes a las comercializadas por Veeco, Nanosensors y Budget -Sensors), mientras que en el segundo grupo se incluyen las puntas con geometría cónica y frecuencia de resonancia de las micropalancas en torno a 150 KHz (fabricadas por Micro - masch y NT- MDT).

Para ciertas aplicaciones no existe una dependencia aparente de las características geométricas de las puntas a la hora de tomar imágenes, exceptuando los posibles artefactos en las medidas debidos al tamaño, radio o forma de la parte final de las mismas pero en el caso de las puntas magnéticas, la geometría es importante debido a la anisotropía de forma. Esta contribución va a determinar en gran medida las propiedades magnéticas de las puntas. Por lo tanto, además de las características de las micropalancas, conviene prestar atención a la geometría de las puntas, esencialmente a la parte final de las mismas, la involucrada en el proceso de la toma de imágenes y separar el resto de la contribución del *cantilever*.

En la Figura 3.4 se muestran diferentes imágenes tomadas con el microscopio electrónico de barrido de puntas con geometría piramidal. La Figura 3.4.a se corresponde con una punta de la compañía Veeco cuyas características son muy similares a las de Nanosensors (en detalle en las imágenes Figura 3.4.c, PPP-MFMR y Figura 3.4.d, PPP-LM-MFMR) mientras que la Figura 3.4.b muestra una correspondiente a la compañía Budget Sensors, que está rotada 180° respecto a las anteriores. Para ciertas aplicaciones esta última configuración puede ofrecer mayor simetría a la hora de tomar imágenes. Estos datos han sido tomados de las respectivas informaciones técnicas de las compañías. En cambio, las imágenes que aparecen en las Figura 3.4 (e) - (g) han sido medidas en el SIDI (Servicio Interdisciplinar de Apoyo a la Investigación) de la UAM. En la Figura 3.4.e se muestra una vista frontal de la parte final de la micropalanca con una punta piramidal de tipo Nanosensors mientras que la Figura 3.4.f se corresponde con una de tipo Budget- Sensors. Se puede comparar en ambas la diferencia en la disposición de la pirámide lo que en algunos experimentos debe ser tenido en cuenta, especialmente en procesos de inversión de la imanación de las propias puntas, procesos disipativos, en experimentos en los que sea necesario

separar la contribución del resto de la micropalanca, también recubierta de material magnético. Además, en los casos de hacer una deposición de material magnético con diferentes ángulos el resultado será diferente según la configuración que se elija.

En las Figura 3.4.g y h se puede apreciar claramente la diferencia en la parte final de una punta de tipo Budget Sensors y otra Nanosensors, lo cual es crítico en los experimentos con campo aplicado tanto para el mecanismo de inversión de la imanación como para la posible orientación del dominio final.

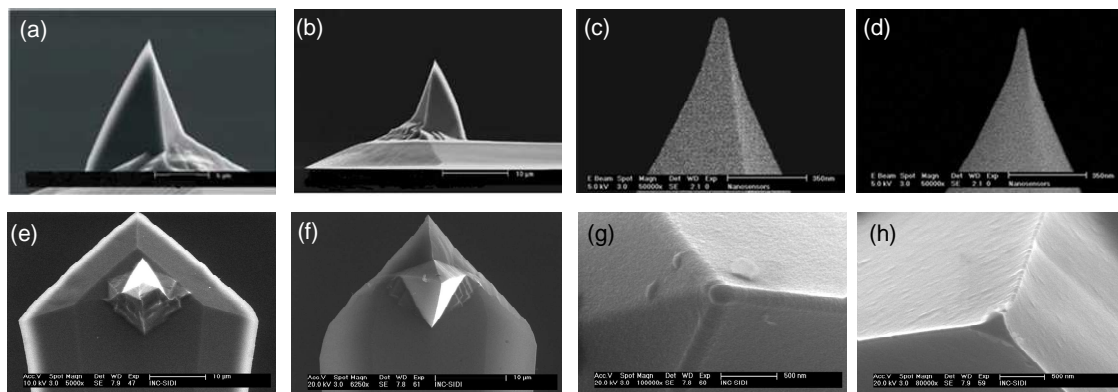


Figura 3.4 - Imágenes SEM de puntas con geometría piramidal: (a) Veeco, (b) Budget sensors, (c) Nanosensors PPP- MFMR y (d) Nanosensors PPP- LM-MFMR. Nótese la diferencia en el radio final de la punta debido a los diferentes recubrimientos magnéticos. (e) Vista frontal de la parte final del *cantilever* de Nanosensors y (f) Budget - Sensors; (g) y (h) vistas en detalle de la parte final de las puntas en el caso de Budget Sensors y Nanosensors donde se aprecian restos adheridos por el uso.

El esquema tipo de una punta piramidal de base poligonal se muestra en la Figura 3.5. Los ángulos macroscópicos son próximos a 20° si miramos en la dirección del eje del *cantilever* y 25° - 30° si miramos desde el lado. En los últimos 200 nm, el ángulo del vértice se estrecha hasta unos 10° al final de la punta (datos sin recubrimiento, para más detalles ver por ejemplo [Nanosensors tech1]).

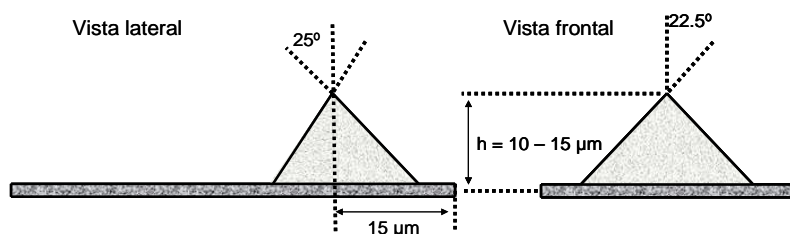


Figura 3.5- Esquema de los ángulos en una punta de tipo piramidal

El otro tipo de puntas que se van a analizar son las de geometría cónica, en particular las comercializadas por NT- MDT y Micro - masch. En las Figura 3.6.a y b se presentan las imágenes SEM tomadas de la información proporcionada por las compañías. Como ya se ha visto, en este caso no sólo cambia la geometría de la punta sino que también

las características de los *cantilevers* son diferentes. Además, el radio final de las puntas es en general mayor. Como veremos más adelante, las propiedades magnéticas de este tipo de puntas cambian radicalmente respecto a las anteriores (piramidales). Este efecto no sólo es consecuencia de la geometría final sino que también estará influenciado por el tipo de recubrimiento magnético empleado, como se detallará a continuación.

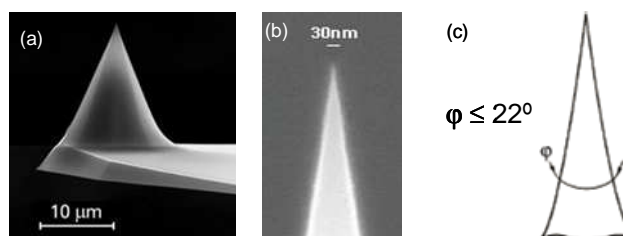


Figura 3.6- Imágenes SEM de puntas con geometría cónica: (a) Micro- masch, (b) NTMDT, (c) esquema del ángulo del cono.

ii) Características de los recubrimientos magnéticos

Los datos acerca de los recubrimientos magnéticos facilitados por las compañías se resumen en la Tabla 3-1.

Fabricante	Tipo	Recubrimiento dado por el fabricante	Campo coercitivo (mT)	Momento magnético
Veeco	MESP- LM	15 nm (aleación de Co)	< 40	$3 \cdot 10^{-14} \text{ emu}^*$
	MESP	50 nm (aleación de Co)	40	10^{-13} emu^*
	MESP -HM	150 nm (aleación de Co)	40	$3 \cdot 10^{-13} \text{ emu}^*$
Nanosensors	PPP-LM-MFMR	20 nm (aleación de Co- Cr)	25	$5 \cdot 10^{-14} \text{ emu}^*$ (150 emu/cm ³)
	PPP-MFMR	40 nm (aleación de Co- Cr)	30	10^{-13} emu^* (300 emu/cm ³)
Budget Sensors	MagneticMulti75-G	aleación de Co	30	10^{-13} emu^*
Micro masch	NSC35/Co-Cr/50	60 nm de Co, 20 nm de Cr	30-40	1400 emu/cm ³
NT MDT	NSG01/Co	CoCr 40 nm	15-20	sin especificar

Tabla 3-1 - Datos técnicos de las propiedades magnéticas suministrados por las diferentes compañías. Los datos de los recubrimientos y campos coercitivos están medidos en sustratos planos (* Estimación basada asumiendo un volumen efectivo en el vértice de la punta)

No obstante, en la mayoría de los casos, esta información es confidencial e incompleta. Además, es importante tener en cuenta que la caracterización magnética proporcionada se realiza en general en modo lámina delgada, es decir sobre un sustrato de referencia que puede ser el propio chip, con lo que se pierde la información de la parte final de la punta propiamente dicha. Por ello, en el siguiente apartado se ha

tratado de caracterizar únicamente el volumen de la punta involucrado en el proceso de toma de imágenes de manera que estos datos ayuden a la interpretación de los experimentos posteriores.

Previamente, se ha estudiado como es la distribución de dominios para los distintos chips comerciales mediante MFM. Para ello, se ha partido en todos los casos de un estado magnético bien definido (tras saturar fuera de plano). Es necesario tener en cuenta que la información que se obtiene sólo será una aproximación de cómo es el recubrimiento magnético ya que el estudio se hace en forma de láminas delgadas con lo no se tiene en cuenta la contribución de la geometría de las puntas en cada caso. La punta empleada para las medidas será siempre la misma (Nanosensors de tipo PPP-LM- MFMR, es decir las catalogadas de bajo momento para minimizar las perturbaciones inducidas en la estructura de dominios de las muestras).

En la Figura 3.7 se muestran las imágenes de MFM en remanencia tomadas en las mismas condiciones para los diferentes chips comerciales. Cabe destacar que recubrimientos semejantes según los datos técnicos (mismo momento magnético) como pueden ser los de las puntas Nanosensors PPP-MFMR (Figura 3.7.a), las de Budget Sensors (Figura 3.7.c) o las de tipo Veeco Mesp (Figura 3.7.d) presentan una distribución de momentos bastante diferente. En el primero de los casos, Figura 3.7.a, la imanación está principalmente en el plano, distinguiéndose en la imagen los denominados *stripe domains*, correspondientes a oscilaciones de la componente fuera de plano de la imanación mientras que en el segundo (Figura 3.7.c) son las denominadas *magnetic bubbles* o burbujas magnéticas, es decir, tenemos una fuerte anisotropía fuera de plano. [Hubert 98]. Las puntas de tipo Veeco Mesp (Figura 3.7.d) presentan la imanación en el plano con una pequeña componente fuera de plano de manera semejante a las puntas de Micro - masch (Figura 3.7.f). Los distintos comportamientos pueden ser debidos a diferencias en el proceso de crecimiento (material depositado, condiciones de presión o temperatura durante la deposición del material magnético).

El espesor de las películas crecidas (t) también va a ser un factor a tener en cuenta. Por ejemplo, en el caso de las puntas fabricadas por Nanosensors se pueden comparar las de tipo estándar (PPP- MFMR), recubiertas una aleación de Co de espesor $t_{es}=40$ nm y las de bajo momento (PPP-LM- MFMR) con un recubrimiento de $t_{LM}=20$ nm de la misma aleación. Se aprecian diferencias en el contraste observado en las imágenes de MFM, medido a través del desplazamiento en frecuencia, que como ya se vio en el capítulo anterior, es proporcional al gradiente de fuerzas, que a su vez se relaciona con

el momento magnético y el campo que emana la muestra. Tenemos en este caso un factor 2 ($t_{es}/t_{LM} = 2 \rightarrow \Delta\omega_{es}/\Delta\omega_{LM} = 2$). También se aprecian diferencias en el tamaño y periodicidad de los dominios (en el caso de la Figura 3.7.a tenemos franjas con imanación hacia arriba y hacia abajo de 100 nm de tamaño y 200 nm de periodicidad mientras que para el segundo recubrimiento, Figura 3.7.b tenemos una separación de 150 nm entre los dominios de 80 nm de tamaño). Ambos factores están directamente relacionados con la cantidad de material magnético depositado.

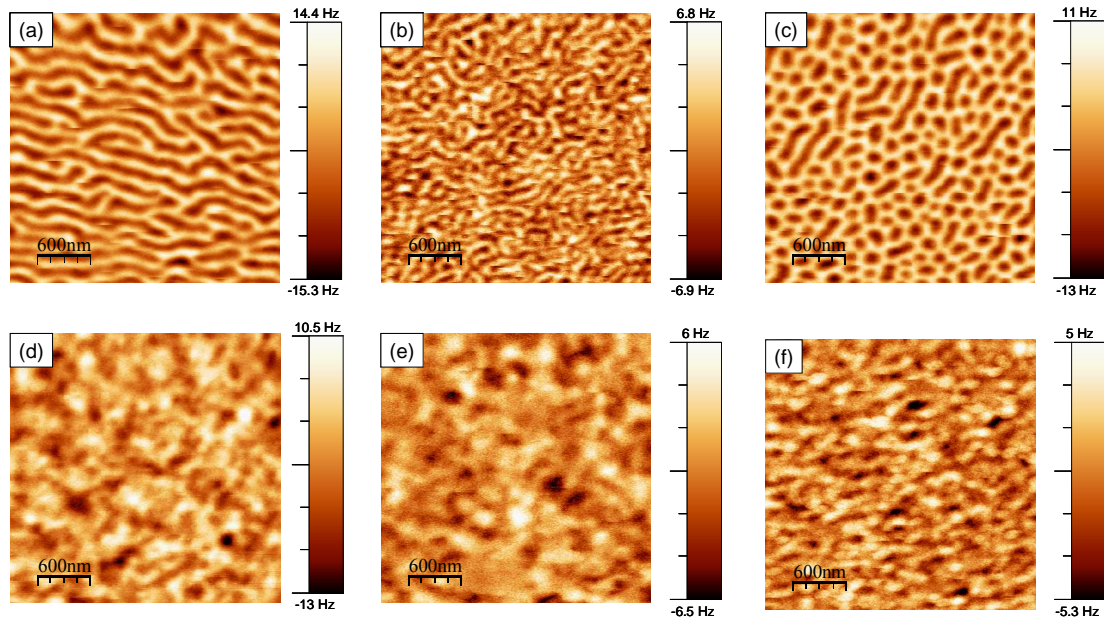


Figura 3.7- Imágenes de MFM en remanencia de distintos chips comerciales tomadas en las mismas condiciones de medida (a) Nanosensors PPP- MFMR; (b) Nanosensors PPP- LM-MFMR; (c) Budget Sensors Magnetic Multi75G; (d) Veeco MESP; (e) Veeco MESP- LM; (f) Micro- masch NSC35

En el apartado 3.3.2 se van analizar en detalle y de forma sistemática el comportamiento de las diferentes puntas comerciales en presencia de campo aplicado dado que en los datos técnicos no se tiene toda la información necesaria.

iii) MFM en disco duro comercial: Caracterización de la muestra de referencia.

Por lo general los discos duros o medios de grabación longitudinal magnética [Zhu 03] han sido muy utilizados en la literatura bien como muestras de referencia o bien como ejemplo de las aplicaciones del MFM para estudiar la estabilidad de la información almacenada o problemas de sobreescritura. Por ejemplo, Rugar *et al.* detallan el proceso de medida y fabricación de puntas para su aplicación en una variedad de

medios de grabación magnética longitudinal, modelizando a su vez la respuesta del MFM para cada caso [Rugar 90]. Otro trabajo más reciente es el presentado por Zhong y colaboradores [Zhong 08] donde analizan la interpretación de imágenes de MFM en este tipo de sistemas estudiando el contraste en las zonas de transición, que se consideran de referencia para las distintas polarizaciones de la punta. En nuestro caso queremos aprovechar el amplio conocimiento que existe acerca de la interpretación de la señal de MFM para este tipo de muestras y, junto con su alta coercitividad [Thomson 00] emplear este sistema para el calibrado de las puntas magnéticas.

En la Figura 3.8.a se muestra una fotografía de un disco duro comercial cuyo tamaño es de varios cm. Mediante el microscopio de fuerzas podemos visualizar tanto su topografía, donde se aprecian los habituales surcos (Figura 3.8.b), como distinguir en este caso hasta dos de sus pistas mediante la imagen de MFM (Figura 3.8.c) donde el contraste típico está centrado en las paredes de los dominios (Figura 3.8.d).

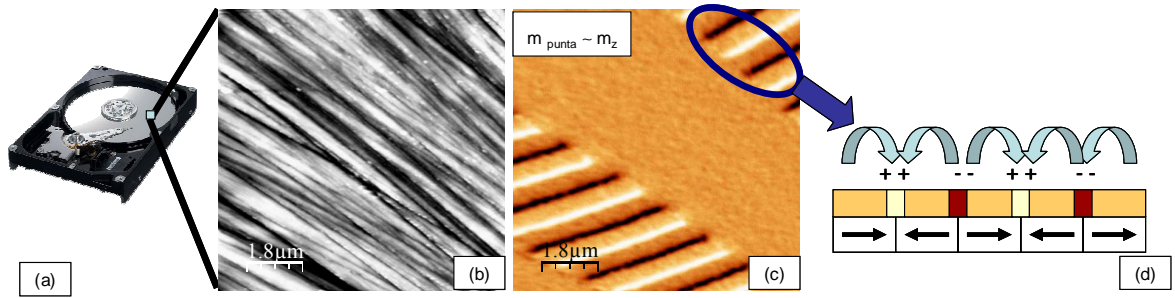


Figura 3.8. (a) Fotografía de un disco duro. (b) Topografía e (c) imagen de MFM de un disco duro comercial; (d) interpretación de la señal magnética; Tamaño: 9 μm x 9 μm

Conforme aparece en [Gómez 96] las componentes individuales de los campos locales en superficie en medios de grabación magnéticos en el plano vienen dadas por las siguientes expresiones donde se relacionan las derivadas segundas de las componentes x y z de los campos que emana de la muestra con la imanación de la misma:

$$\frac{\partial^2 H_z}{\partial z^2} \propto \nabla \cdot \mathbf{M} = \frac{\partial M_x}{\partial x} \quad y \quad \frac{\partial^2 H_x}{\partial z^2} \propto M_x \quad (3.12)$$

En la Figura 3.9.a se muestra un esquema de distribución magnética esperada en la muestra. Dado que habitualmente la punta suele estar imanada a lo largo de su eje fácil (dirección axial) se puede considerar: $m_{\text{punta}} \sim m_z$; $m_x, m_y \sim 0$. En este caso, la formación del contraste surge de manera predominante de $\partial^2 H_z / \partial z^2$ y se muestra como una serie de franjas claras y oscuras alternadas (Figura 3.9.b1). Si por alguna causa (por ejemplo aplicando campo en el plano) conseguimos que la componente m_x no sea

despreciable, el contraste en este caso cambia radicalmente apareciendo zonas con la imanación en el plano con direcciones opuestas (Figura 3.9.b2). Esto es debido a que el término dominante será en este caso $\partial^2 H_x / \partial z^2$.

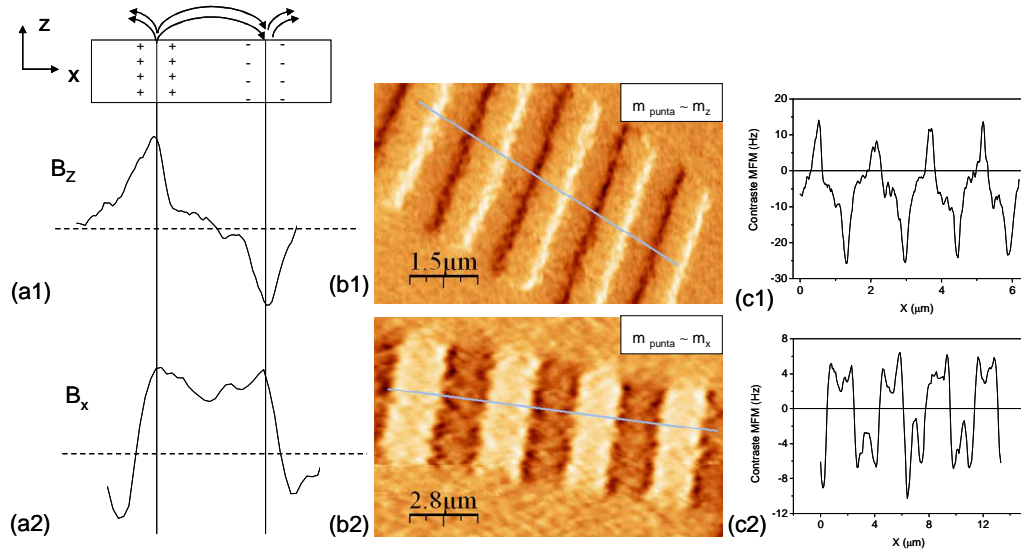


Figura 3.9 (a) Esquema de la distribución de dominios; (b) Imágenes MFM y (c) perfiles experimentales. La serie 1 se corresponde con el caso $m_{\text{punta}} = m_z$ mientras que la serie 2 es la correspondiente al caso $m_{\text{punta}} = m_x$

3.3.2 Caracterización *in situ* mediante imágenes de MFM.

Como ya se ha comentado, la caracterización magnética que las compañías ofrecen se basa en el recubrimiento del chip completo, y por tanto, se realiza en forma de láminas delgadas. Con esto se pierde información de la punta propiamente dicha, siendo crítico este aspecto. En las especificaciones técnicas de algunas compañías (ver por ejemplo [Veeco tech1]) se advierte que la coercitividad puede variar un 20% del valor presentado de una punta a otra ya que es fuertemente dependiente de la geometría de la punta (a nivel nanométrico).

Todas estas cuestiones relacionadas con la configuración magnética de la punta son esenciales para una correcta interpretación de los resultados, especialmente si se aplica campo externo que pueda afectar a la propia punta o bien si el campo que emana la muestra también es suficientemente intenso como para afectar a la estructura de dominios de la punta

En este aspecto, en la literatura se han realizado diversas aproximaciones experimentales para caracterizar correctamente las puntas. Una de las primeras tendencias fue el uso de medidas de RTM (*Resonant Torque Magnetometry*). El trabajo de

Heydon y colaboradores [Heydon 97] detalla el desarrollo de esta técnica como herramienta para caracterizar *in situ* las propiedades de las puntas de MFM con una sensibilidad mejor de 10^{-12} emu. Se muestran ciclos de histéresis en el eje axial de puntas de CoPt con distintos espesores analizando como cambia tanto la forma como el valor de la coercitividad, cuyos valores están entre 30 y 60 mT. Otros trabajos como el de Casey *et al* [Casey 99] han empleado esta técnica en combinación con imágenes de MFM para analizar las interacciones entre punta y muestra. Además de esta técnica también se ha empleado la *Lorentz electrón tomography* para evaluar los campos que emanan de las puntas (*stray field*) por ejemplo en los trabajos de Scott y colaboradores [Scott 99] y del grupo de McVitie [McVitie 01], encontrándose valores de unos 40 mT; otra manera de evaluar dichos campos creados en las proximidades de la punta es mediante holografía de electrones [Streblechenko96]. Estas técnicas de caracterización no emplean el propio MFM como herramienta. En cambio, hay otros trabajos en los que realmente se hace una caracterización *in situ* de las propiedades de las puntas, usando para ello las propias imágenes adquiridas en el microscopio. En este aspecto destacan los trabajos con líneas o anillos de corriente (*current carrying strips or rings*); por ejemplo, Kebe y colaboradores hacen una calibración muy completa donde, conociendo el campo creado por las líneas de corriente, estiman los parámetros de caracterización del modelo de punta tipo monopolo y dipolo así como el volumen efectivo involucrado en el proceso de formación de la imagen [Kebe 04]; en el trabajo de Carl *et al.* se realizan ciclos de histéresis *in situ* de puntas de un mismo tipo (MESP) midiendo el desfase en función del campo creado por anillos de corriente verificando poca reproducibilidad de las puntas (obtienen valores de entre 27 y 36 mT para los campos coercitivos) [Carl 01]. Este trabajo arroja resultados semejantes a los que se van a obtener en esta tesis por otra técnica *in situ* de realización de ciclos de histéresis en el eje fácil (axial) de las puntas.

En lo relativo a la caracterización de puntas bajo campos magnéticos en el plano existen pocos trabajos. Además, no hay datos técnicos de las compañías en este aspecto. En la literatura encontramos por ejemplo el trabajo de Babcock donde se realizan ciclos de histéresis *in situ* tanto en el plano como en la dirección axial de nuevo con campos creados por líneas de corriente para diferentes tipos de puntas [Babcock 96]. En este trabajo además se analizan los ciclos para diferentes geometrías de manera semejante a lo que se va a presentar en el presente capítulo, obteniéndose resultados muy similares para el caso de las puntas piramidales tanto en el plano como en el eje

axial. Folks y colaboradores analizan como modificar físicamente las puntas de manera que orienten su imanación en el plano en vez de en su eje fácil de tal modo que se tenga una mayor resolución cuando las muestras presenten su imanación en el plano [Folks 00].

En definitiva, es importante llevar a cabo una calibración previa tanto de los campos que crean las puntas como de la coercitividad del volumen activo de las mismas para una correcta interpretación de las imágenes en especial, las que se toman en presencia de campos magnéticos.

En este capítulo se va a proponer un método alternativo para realizar la caracterización *in situ* de las puntas, empleando un disco duro comercial como muestra patrón. Se han medido ciclos de histéresis en el plano y en la dirección axial.

Conocido el tipo de contraste que presenta el disco duro en las imágenes de MFM vamos a emplearlo como muestra de referencia para la obtención de ciclos de histéresis de la parte de la punta involucrada en el proceso de formación de imágenes. Se va a estudiar como afecta la aplicación de campos magnéticos tanto axiales (dirección correspondiente al eje fácil de las puntas por anisotropía de forma) como en el plano de las mismas (que se corresponderá con el eje difícil de imanación) para los diferentes tipos de puntas comerciales. Para ello, se han desarrollado dos procedimientos, uno basado en las propias imágenes de MFM y otro utilizando los denominados modos 3D. El primer método empleado será hacer imágenes consecutivas de la misma zona de la muestra de referencia variando el campo aplicado. Por los valores de campo coercitivo de la muestra (~ 0.2 T) no se estará afectando a su estructura de dominios en ningún caso, pero, debido al carácter magnético de la punta, el contraste en la imagen de MFM irá cambiando a medida que se varíe el valor del campo aplicado. Los resultados están realizados con el sistema experimental para aplicar campos axiales en forma de pulsos y el sistema experimental para aplicar campos en el plano en modo continuo.

i) Eje fácil de las puntas (campo aplicado en la dirección axial)

En primer lugar vamos a estudiar el proceso en el eje fácil de las puntas, aplicando el campo en la dirección axial. El procedimiento consiste en tomar imágenes en la misma zona y en las mismas condiciones para cada valor de campo aplicado (ver Figura 3.10.a-f). Se trazan diferentes perfiles en las imágenes y, midiendo en cada perfil la diferencia entre el contraste positivo y el contraste negativo tras cada pulso de campo vemos como pasamos de un valor máximo con signo positivo al mismo valor con el

signo opuesto pasando por cero. En el estado inicial, la punta ha sido saturada previamente *ex situ* a lo largo de su eje fácil en sentido positivo y la imagen que obtenemos es la habitual donde se alternan los contrastes claro y oscuro (Figura 3.10.a). Si aplicamos campo con el MFM en la misma dirección de saturación no se produce ninguna variación en el contraste. En cambio, si comenzamos a aplicar campo en sentido contrario al estado inicial vemos como el contraste va decreciendo y, cuando llegamos a unos -15 mT, el contraste ha cambiado radicalmente: la imanación de la punta empieza a volverse inestable y se invierte sucesivamente cuando pasa a través de las paredes de dominios de la muestra (Figura 3.10.c y d). Cabe destacar que, en este estado, como la interacción entre la punta y las paredes es siempre de tipo atractivo, el contraste que aparece cuando la punta pasa sobre los dos tipos de paredes es siempre oscuro. Esto es debido a que el tamaño del dominio involucrado en la toma de la imagen se ha hecho tan pequeño que necesita muy poca energía, lo que se traduce a un valor relativamente bajo de campo magnético para reorientar la imanación. Aumentando el campo hasta -30 mT la imanación del final de la punta se orienta en su eje fácil pero en sentido negativo, ocasionando que la imagen haya invertido totalmente sus contrastes, como se aprecia en la Figura 3.10.e. Si seguimos aumentando hasta -50 mT tenemos el mismo contraste que en la primera imagen de la serie pero totalmente invertido (Figura 3.10.f.). Una señal inequívoca de que es la punta y no la muestra la que ha modificado su estado magnético es que el contraste inicial se recupera tras aplicar un campo del mismo valor en sentido contrario. Todo esto está de acuerdo con la suposición de que se produce un comportamiento histerético del material del final de la punta involucrado en la formación de las imágenes.

Si se emplea el modelo de aproximación de la punta a un momento dipolar magnético, anteriormente mencionado [Mamin 88], el gradiente de fuerzas seguía la expresión (3.8). Por lo tanto, representando la diferencia del contraste claro- oscuro medido en los perfiles de la serie correspondiente a la Figura 3.10.a-f en función del campo aplicado se obtiene un ciclo de histéresis del volumen final de la punta como se muestra en la Figura 3.11.a para el caso concreto de una punta del tipo Micro- masch.

Como ya hemos mencionado al principio de este apartado, pequeñas diferencias en la geometría de cada punta pueden dar lugar a valores en las propiedades magnéticas distintas.

Por ejemplo, en [Carl 01] se analizaron varias puntas del mismo tipo pero procedentes de diferentes *wafers* dando una gran disparidad de resultados. Por ello, para cada

modelo de punta se ha realizado una estadística, repitiendo el mismo experimento varias veces y mostrándose como resultado final los valores promedio de H_c . Este mismo tipo de experimento se ha realizado para estudiar de forma sistemática las diferentes puntas comerciales. Analizando los resultados mostrados en la Figura 3.11. b se aprecia una variedad en la forma y valores de los ciclos. Esta diversidad puede ser debida a variaciones en los recubrimientos y en la forma geométrica de las puntas.

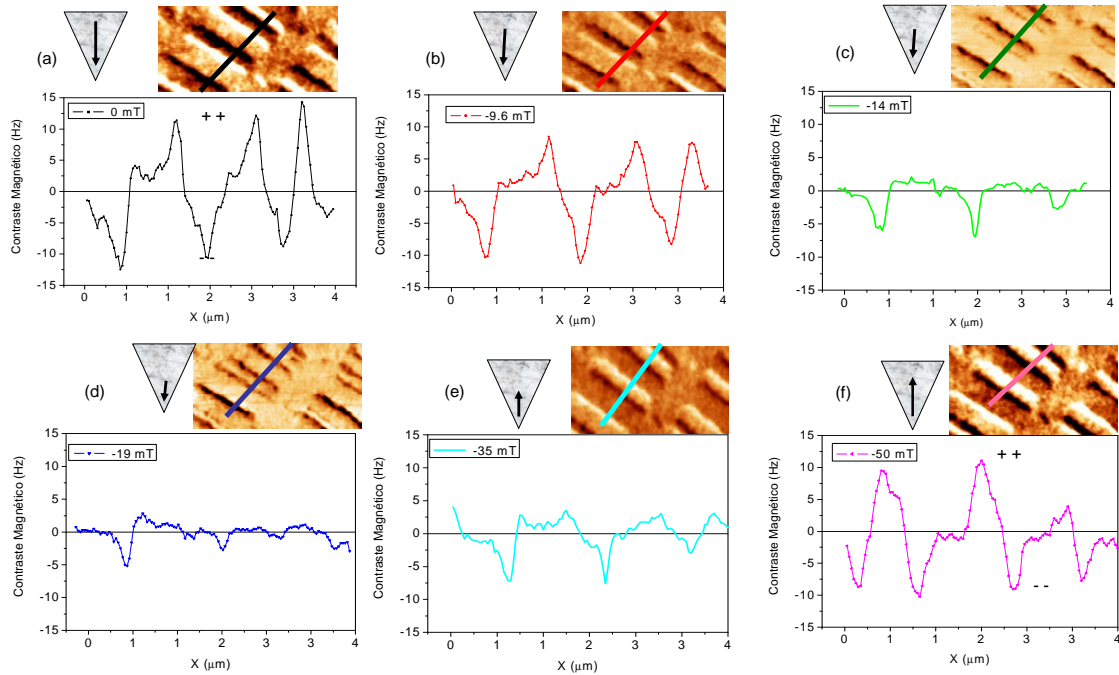


Figura 3.10 – (a)-(f) Perfiles e imágenes de MFM a distintos valores de campo aplicado para una punta de tipo Micro masch donde se produce la inversión completa de los dominios de la punta que contribuyen a la formación de las imágenes.

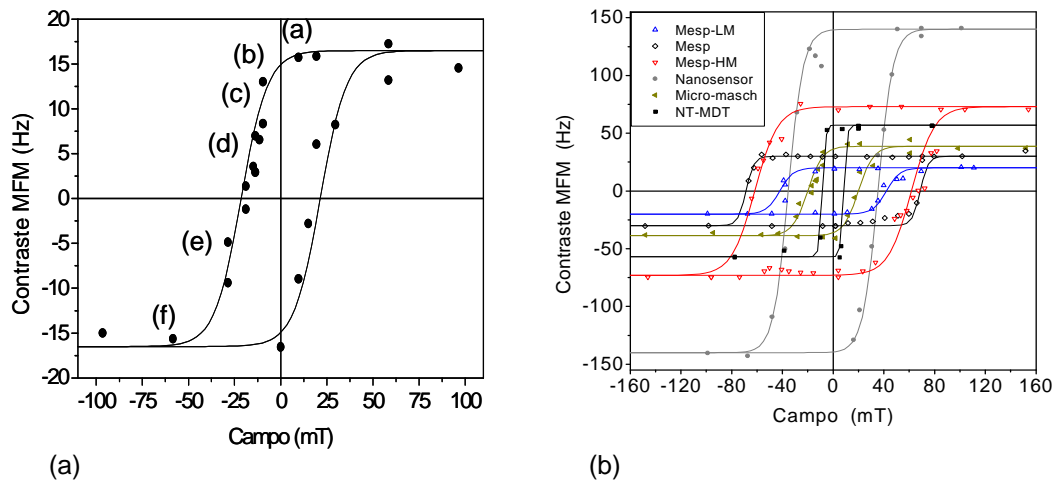


Figura 3.11- (a) Ciclo de histéresis para una punta tipo Micro- masch; (b) Comparativa entre las distintas puntas comerciales.

Por otra parte, y como era de esperar, el contraste es función del recubrimiento de las puntas (en todos los casos las imágenes están tomadas en las mismas condiciones de medida para asegurar que sean datos comparables: misma distancia de la segunda trazada, misma amplitud de oscilación). Por ejemplo en la serie de Veeco, se sigue una tendencia creciente en función de la cantidad de material depositado que guarda relación con el valor de imanación m de los sustratos. (Ver Figura 3.12.a y b)

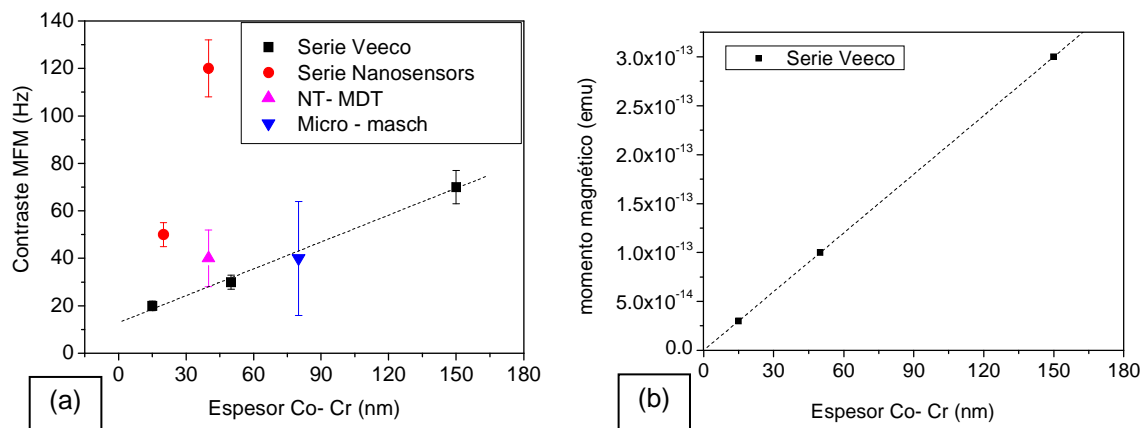


Figura 3.12 (a) Evolución del contraste magnético en función del espesor de la capa de Co -Cr dada por el fabricante para diferentes puntas comerciales; (b) en el caso de la serie de Veeco, valores del momento magnético en función del espesor (datos proporcionados por el fabricante).

Pero también hay que tener en cuenta que no toda la punta está involucrada en el proceso de formación de la imagen. Así, aunque la punta Micro - masch tenga mayor espesor de material magnético el contraste no es mayor que en el caso de las Nanosensors. Evidentemente hay que buscar un compromiso entre resolución espacial y contraste; mientras que las puntas Nanosensors tienen un radio de unos 50 nm las de Micro - masch lo tienen próximo a 90 nm, con lo que evidentemente a pesar de tener mayor cantidad de material magnético la resolución empeora claramente. Esto es lo que se llamará, a lo largo de esta tesis, *efecto punta*, es decir, una mayor concentración de líneas de fuerza en aquellas puntas más afiladas.

En la Tabla 3-2 se resumen los resultados experimentales. En el caso de las puntas piramidales (Veeco, Nanosensors y Budget Sensors), los valores de H_c experimentales son semejantes a los ofrecidos por las compañías siempre teniendo en cuenta que, al ser las especificaciones técnicas en forma de lámina delgada, el valor no tiene que coincidir; en todo caso, sí parece que se cumple una cierta tendencia, siendo siempre mayores los valores en la forma piramidal. En lo que respecta a las puntas con

geometría cónica vemos que son puntas mucho más blandas que las piramidales y con bastante más disparidad en los resultados. En cuanto a las especificaciones técnicas en este caso la tendencia es contraria, son mayores los datos de Hc en los sustratos, estando además bastante alejados de lo obtenido experimentalmente sobre la parte final de la punta. Además de la geometría, el tipo de recubrimiento empleado por cada compañía, dato confidencial en la mayoría de los casos, es otro factor muy importante a tener en cuenta.

Es posible también, comparar cualitativamente el valor nominal del momento magnético con los resultados del gradiente de fuerzas. Los valores del desplazamiento en frecuencia presentados en la Tabla 3-2 se corresponden a los datos medidos en saturación.

Fabricante	Tipo	Hc técnico* (mT)	Hc experimental (mT)	$\Delta\omega$ (Hz)	$\delta F/\delta z$ (10^{-3} N/m)
Veeco	MESP- LM	< 40	45	20	0.6
	MESP	40	65	30	1.2
	MESP -HM	40	60	70	2.6
Nanosensors	PPP-LM-MFMR	25	25	50	2.0
	PPP-MFMR	30	35	120	4.0
Budget Sensors	MagneticMulti75-G	30	33	30	1.2
Micro masch	NSC35/Co-Cr/50	35	20	40	3.2
NT MDT	NSG01/Co	17	7.5	40	3.4

Tabla 3-2 Comparativa entre los resultados experimentales obtenidos para diferentes puntas comerciales ($\Delta\omega$ = desplazamiento en frecuencia, $\delta F/\delta z$ = gradiente de fuerzas); * datos técnicos en lámina delgada.

Cada desplazamiento en frecuencia puede ser usado para calcular el gradiente de fuerzas siguiendo la expresión:

$$\Delta\omega = -\frac{\omega}{2\kappa} \frac{\partial F}{\partial z} \quad (3.13)$$

donde κ es el valor nominal de la constante de fuerzas obtenida de los datos técnicos para cada *cantilever*, y ω es la frecuencia, $\delta F/\delta z$ es el gradiente de fuerzas.

Este mismo tipo de experimentos se ha realizado también con el sistema experimental para aplicar campo magnético de forma continua en la dirección axial, obteniéndose resultados semejantes, como veremos más adelante.

ii) Eje difícil de las puntas (campo aplicado en el plano)

En este apartado presentamos la caracterización de puntas bajo campos en el plano de la muestra. Todos los experimentos se han realizado con el sistema experimental descrito en el *Capítulo 2* para operar bajo campos aplicados en el plano en modo continuo.

En esta ocasión, se van a aplicar campos magnéticos en el eje difícil de la punta. Hemos observado que, pese a la anisotropía de forma, en ciertas ocasiones, algunos dominios se orienten paralelos al campo aplicado de tal modo que la componente m_x no es despreciable. Si esos dominios corresponden a la parte de material magnético involucrado en el proceso de formación de la imagen, el contraste resultante cambia radicalmente como ya se ha explicado previamente.

El experimento es similar al descrito en el apartado anterior. La muestra de referencia continua siendo el disco duro comercial y, las puntas previamente se han saturado *ex situ* en su eje fácil (axial) con un campo de 1 T.

De nuevo, el método consiste en hacer imágenes en una misma zona y evaluar como varía el contraste en la señal de MFM para los distintos valores de campo aplicado tomando perfiles y evaluando la diferencia entre el contraste positivo y negativo. Se ha repetido para las diferentes puntas comerciales, haciendo estadística en cada caso concreto.

En general se ha observado que las puntas con geometría cónica siempre orientan su dominio final en la dirección del campo aplicado. Esto implica, como ya se había comentado anteriormente, un cambio del contraste que se obtiene en el disco duro ya que ahora en vez de estar centrado en las paredes de los dominios se centra en las propias paredes debido al cambio en la orientación de la imanación local de la punta (como se mostraba en la Figura 3.8). De nuevo hay que resaltar que este efecto no sólo es debido a la geometría sino también al recubrimiento empleado en cada caso.

En la Figura 3.13, por ejemplo, se muestra la misma región del disco duro, con el contraste centrado en las paredes de dominio, para dos valores de campo aplicado en el plano, ± 75 mT, y, como se puede apreciar, el contraste está invertido a consecuencia de que el dominio final de la punta se ha orientado en cada caso paralelo a la dirección del campo aplicado. Esto nos permite de nuevo trazar un ciclo de histéresis si variamos de manera cíclica los valores de campo y evaluamos la diferencia de contrastes en las imágenes de MFM.

Al retirar el campo, se reorientan algunos dominios y volvemos a tener el contraste centrado en las paredes aunque con una cierta componente en el plano. En general la resolución puede empeorar ya que no tenemos un estado magnético de la punta bien definido. En la Figura 3.13.c presentamos los ciclos obtenidos para los dos tipos de puntas de geometría cónica.

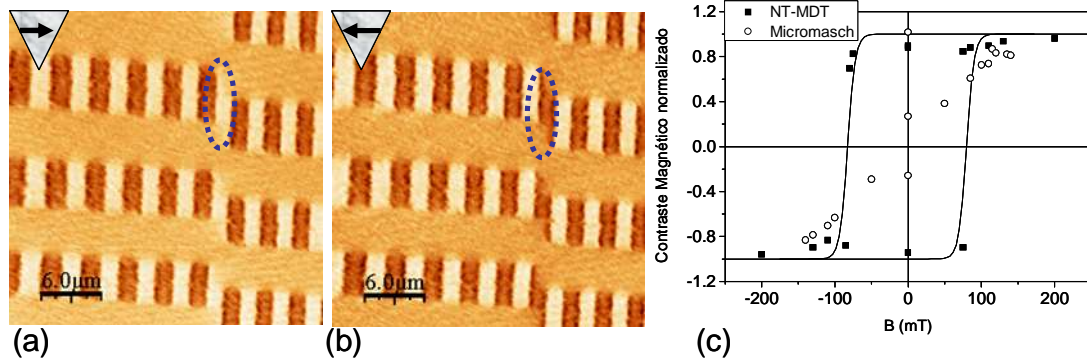


Figura 3.13- (a) y (b) Imágenes de MFM de un disco duro comercial medidas con una punta Micro- masch tomadas con campo aplicado en el plano en sentidos contrarios. El contraste está centrado en las paredes de dominio debido a que $m_{punta} = \pm m_x$. Tamaño de las imágenes 30 μm x 30 μm. (c) Ciclos de histéresis en el plano obtenidos a partir de los perfiles tomados en las imágenes de MFM para los dos casos de puntas con geometría cónica

En cambio, parece que en las puntas piramidales, no siempre se consigue orientar el dominio final de la punta en la dirección del campo aplicado. Esto es debido a la fuerte dependencia de las propiedades magnéticas con la forma final de la punta. Es crítico en este sentido. Según la cantidad de material magnético involucrada en el proceso de formación de la imagen, tenemos el contraste siempre centrado en las paredes de dominio, lo que implicará que no se han orientado los dominios correspondientes, paralelamente al campo (predomina m_z ; $m_x \sim 0$) o bien se obtiene el contraste típico centrado en los propios dominios, señal inequívoca que $m_{punta} = \pm m_x$. En este caso, cabe destacar que al quitar el campo siempre el contraste en la pared es el mismo, lo que implica que, en general la componente axial no se ha invertido. Por ejemplo en la Figura 3.14 tenemos una serie de imágenes correspondientes a una punta piramidal que sí orienta su imanación al aplicar campo en el plano. Partimos de la situación inicial con la punta saturada en su eje fácil (Figura 3.14.a); aplicamos campo en un sentido, B = 100 mT (Figura 3.14.b), observándose el cambio de contraste en el disco duro, con lo que $m_x \neq 0$ (estrictamente, m_x nunca es igual a cero sino que habitualmente es despreciable dado que $m_x \ll m_z$). Si cambiamos el signo del campo aplicado, la imanación de la punta se invierte (cambia 180°), como vemos en la Figura 3.14.c y, finalmente al retirar el campo, se produce una relajación: el contraste vuelve a estar

centrado en las paredes de los dominios, lo que implica que hemos recuperado la componente m_z , y además, como podemos comprobar que dicha componente no se ha invertido (Figura 3.14.d).

En la Figura 3.14.e se muestran los ciclos para dos tipos de puntas piramidales, una que reorienta su dominio y tiene histéresis, y la otra (puntos abiertos) que apenas modifica su estado magnético en presencia del campo aplicado.

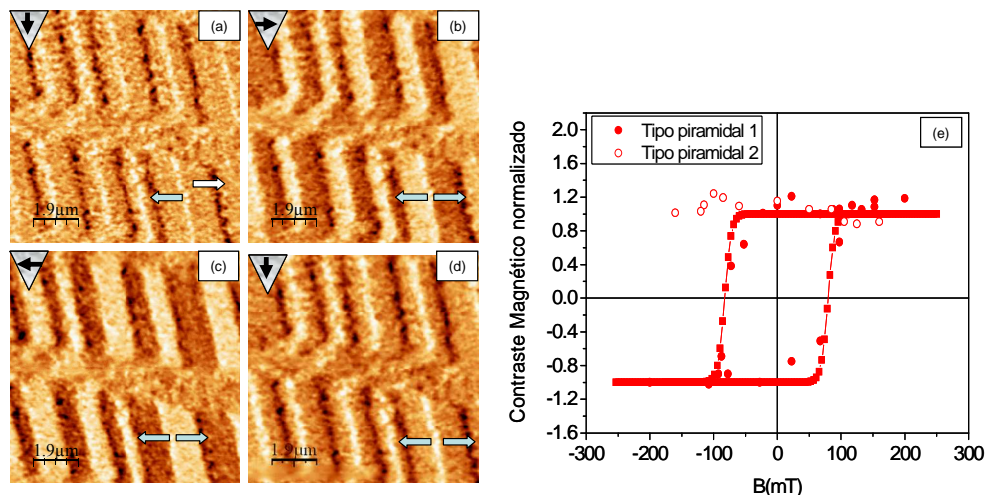


Figura 3.14 - Imágenes de MFM para una punta de Nanosensors (a) con su dominio orientado en su eje fácil, (b) con campo aplicado en el plano en sentido $+x$, de tal modo que $m_{\text{punta}} = m_{+x}$, (c) con campo aplicado en sentido opuesto, $-x$, en este caso tenemos que $m_{\text{punta}} = m_{-x}$, (d) tras retirar el campo en el plano se ha reorientado el dominio final de nuevo en su eje fácil manteniéndose el mismo contraste en las paredes que al principio de la secuencia. Tamaño de las imágenes: $9.5 \mu\text{m} \times 9.5 \mu\text{m}$. (e) Evolución de los contrastes magnéticos para dos tipos de punta en función del campo aplicado. En un caso tenemos ciclo de histéresis (puntos cerrados) mientras que en el otro (puntos abiertos) apenas se modifica el contraste en presencia del campo.

En conclusión a esta parte podemos decir que hemos caracterizado de forma sistemática el comportamiento de las puntas comerciales con campo aplicado tanto en el eje fácil como en el eje difícil teniendo de este modo la información necesaria para una correcta elección en los experimentos posteriores.

3.3.3 Ciclos de histéresis obtenidos con los modos 3D

Como ya se ha detallado en el capítulo anterior, el sistema de MFM con campo aplicado que se ha puesto a punto durante esta tesis se ha desarrollado para tener una óptima estabilidad tanto mecánica como térmica. Esto debe ser una premisa si queremos hacer medidas en un punto concreto de la muestra aplicando campo como sucede en los trabajos presentados por Endo [Endo 07] donde se hacen medidas de

ciclos de histéresis en distintos lugares de un *dot* magnético. Para este tipo de medidas es imprescindible asegurar que siempre estamos midiendo el mismo punto de dicha estructura y que los cambios de contraste observados con el campo son efectivamente consecuencia del movimiento de las paredes y no por cambiar de zona en la superficie. En esta ocasión se va a emplear el sistema experimental formado por la bobina axial refrigerada aplicándose el campo de manera continua. La muestra de referencia vuelve a ser el disco duro comercial. Se estudiarán en este apartado los comportamientos de las diferentes puntas comerciales empleando en este caso los modos 3D para la realización de los ciclos de histéresis.

El modo 3D que se va a utilizar en este caso será una imagen magnética (desplazamiento en frecuencia a una distancia tal que la interacción Van der Waals sea despreciable) adquirida a lo largo de una única línea de topografía en función del campo magnético aplicado de forma continua. Este método se puede encontrar por ejemplo en [Schwarz 08]. La estabilidad mecánica en este caso es imprescindible ya que para la adquisición de la imagen magnética nos debemos retirar unos cuantos nanómetros (en torno a 50) pero sin tener el sistema de control (*feedback*) activado. El procedimiento es el siguiente: se toma una imagen habitual de topografía, se repite el barrido a unos 40 nm de distancia, correspondiéndose en este caso el desplazamiento en frecuencia a esa distancia con la señal magnética. Elegimos la línea donde vamos a detener el barrido para hacer ahí la imagen 3D. Para obtener la señal magnética debemos fijarnos en el canal de desplazamiento en frecuencia a la distancia necesaria para evitar la topografía pero todo ello sin tener el *feedback* activado. Por ello es preciso elegir una dirección de barrido en la que se minimice el plano entre punta y muestra y contar con una muy buena termalización del sistema de tal modo que al conectar el modo 3D la imagen se realice en el lugar elegido.

En la Figura 3.15 se resume el proceso. Las Figura 3.15.a y b se corresponden a las imágenes de topografía y señal magnética obtenidas del modo habitual. Las Figura 3.15.c y d son imágenes 3D correspondientes al desplazamiento en frecuencia medido a lo largo del perfil (línea negra) trazado en la Figura 3.15.a y en la Figura 3.15b para campos decrecientes (Figura 3.15.c) y crecientes (Figura 3.15.d)

La escala vertical en la Figura 3.15.c es el campo magnético externo en sentido decreciente en cada línea de *scan* desde + 60 mT en el comienzo de la imagen (posición 1) hasta -60 mT en la última línea de barrido (posición 2). En la Figura 3.15.d el sentido de barrido es justo al contrario, comenzando en la línea inferior a -60 mT (posición 3)

incrementándose hasta +60 mT en la parte superior de la imagen (posición 4). La inversión en el contraste cuando pasamos por el valor del campo coercitivo de la punta es observada en las dos imágenes 3D. Si medimos dicho contraste a lo largo de las líneas discontinuas de la Figura 3.15.c y d se obtiene el ciclo de histéresis de la punta en la dirección axial.

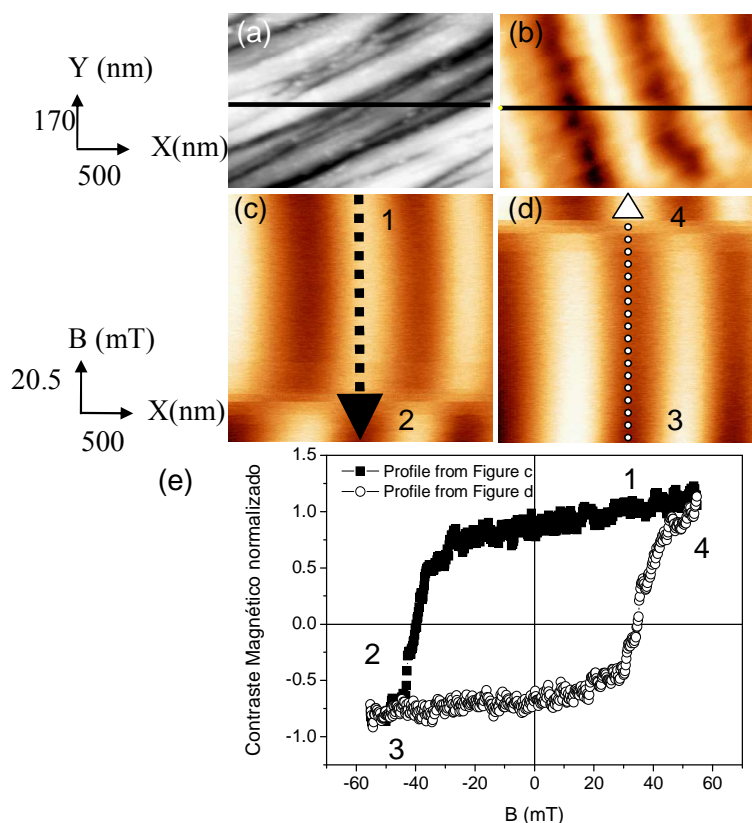


Figura 3.15 . (a) Imagen AFM de la topografía de un disco duro comercial (b) Imagen de MFM de la misma zona (c) y (d) Imágenes de los “modos 3D” donde el eje horizontal, x , en nm representa una línea de barrido habitual, el eje vertical Y , en mT, son diferentes valores de campo magnético fuera de plano en sentido creciente siguiendo las flechas. La escala de color (eje z) corresponde al desplazamiento en frecuencia. (e) Ciclo de histéresis de la punta obtenido de los perfiles trazados en (c) y (d). Experimento realizado con una punta de tipo Nanosensors PPP-MFMR.

Como vemos, la zona de la punta que contribuye a la adquisición de la imagen se comporta como un monodominio ya que el salto en el contraste es en una única línea. A unos 45 mT aproximadamente el contraste cambia de forma abrupta, la polarización magnética ha girado 180° .

Este proceso se ha repetido también para hacer estadística con diferentes puntas comerciales. Los resultados obtenidos en los valores de campos coercitivos son semejantes a los reflejados por el experimento descrito en el apartado anterior aplicando campos en forma de pulsos, con la diferencia de que ahora el número de

puntos que adquirimos por ciclo es mucho mayor así que tenemos mayor precisión. (Ver Tabla 3-3).

Fabricante	Tipo	H _c dato técnico (mT)	H _c dato ciclos 3D (mT)
Veeco	MESP- LM	< 40	41
Nanosensors	PPP-LM-MFMR	25	28
	PPP-MFMR	30	38
Micro masch	NSC35/Co-Cr/50	30-40	13.5
NT MDT	NSG01/Co	15-20	19
Budget Sensors	MagneticMulti75-G	30	33

Tabla 3-3- Resumen de los resultados obtenidos mediante los modos 3D.

Se presentan algunos ejemplos de ciclos de histéresis para puntas con diferente geometría en la Figura 3.16. No obstante hay que tener en cuenta que en este experimento, a diferencia del mostrado en el apartado anterior, el campo está aplicándose de manera continua y no en forma de pulsos, analizando las imágenes posteriores en remanencia. Lo habitual es que, dado que la punta siempre ha sido saturada previamente en su eje fácil en el VSM, los ciclos presenten la forma que se muestra en la Figura 3.16.a. Sin embargo, puede darse la situación que aparece en la Figura 3.16.b. donde en comparación con los ciclos cuadrados hay puntas que aumentan su contraste al aplicar campo en la dirección favorable. Esto puede ser debido a que según aplicamos campo se involucran más dominios con la imanación orientada paralelamente al campo aplicado en el proceso de formación de imagen, es decir, se “activan” más dominios o lo que es equivalente, aumenta el volumen de material magnético activo y el contraste resultante es mayor al aumentar m (y en consecuencia $\Delta\omega$)

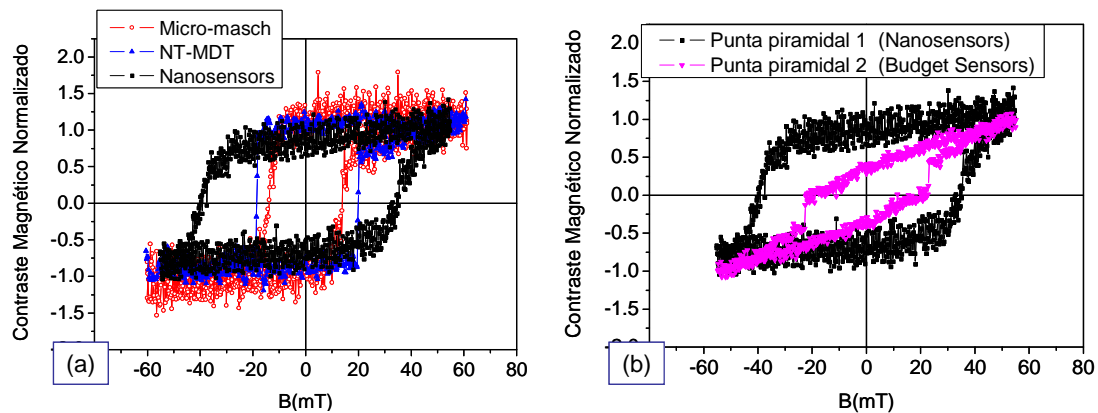


Figura 3.16- Ciclos de histéresis medidos a través de perfiles en el modo 3D para puntas (a) con diferentes geometrías: cónicas (micro- masch y NT- MDT) y piramidal (Nanosensors PPP-MFMR) (b) con diferente simetría (piramidal o piramidal rotada)

Como acabamos de ver, en ocasiones el efecto de aplicar campo de manera constante hace que el contraste de las puntas puede ir aumentando según se incrementa el valor del campo. Para analizar como afecta este hecho, hemos comparado perfiles en las imágenes magnéticas con y sin campo aplicado. Esto se ha realizado con otra variante de los modos 3D. En este caso, las imágenes 3D se han tomado barriendo en una línea y variando la distancia Z entre punta y muestra (ver Figura 3.17.a). Lo repetiremos para cada tipo de punta, con y sin campo aplicado.

En la Figura 3.17. b, c y d se presentan tres ejemplos característicos. En la imagen (a) se muestra una punta tipo cónica (Micro - masch). Se aprecia como los perfiles son semejantes con y sin campo aplicado (el cero es tras pasar la zona de contacto y contacto intermitente, cuando empezamos a medir señal magnética). Aumenta el contraste en torno a un 10-15 % cuando medimos a 60 mT. En las puntas tipo Nanosensors (Figura 3.17c) el comportamiento a campo cero y a 60 mT es semejante. Esto justifica los ciclos cuadrados observados anteriormente. El caso donde el contraste cambia de forma más acusada con campo aplicado es para las puntas de tipo Budget Sensors. En la gráfica correspondiente a la Figura 3.17.d se aprecia como el contraste presenta un incremento de un 50% cuando se mide a 60 mT. Este efecto está totalmente de acuerdo con el ciclo presentado en la Figura 3.16.b para lo que habíamos denominado punta piramidal del tipo 2. El motivo de estas diferencias en los comportamientos es debido a las diferencias en los recubrimientos. El contraste observado para el recubrimiento en forma de lámina delgada en el caso de las puntas Budget Sensors se correspondía con la imanación fuera del plano por lo que es coherente que se aprecien diferencias al aplicar el campo en esa dirección. En cambio, en el caso de las puntas Nanosensors la imanación está preferentemente en el plano, al igual que en las Micro- masch con lo que los cambios inducidos por la aplicación del campo en la dirección axial son menores.

Hemos comentado las diferencias en los comportamientos tanto de los ciclos de histéresis como las tendencias del contraste magnético en función de la distancia en base a las diferentes geometrías de punta pero hay otro factor determinante que influye tanto o más que este hecho que es el tipo de recubrimiento magnético empleado.

En consecuencia y según lo visto en este apartado, las puntas con mayor interés en general para los experimentos que detallaremos en esta tesis, dada su alta sensibilidad y resolución, así como la forma cuadrada de su ciclo de histéresis con valores razonables de campo coercitivo son las de tipo Nanosensors. No obstante, como

veremos en el apartado siguiente, el problema será el campo que crean sobre las muestra, que producirá en numerosas ocasiones perturbaciones irreversibles en la estructura de dominios de las muestras a estudio. Por este motivo, es interesante crear diferentes recubrimientos magnéticos para recubrir puntas comerciales no magnéticas con el fin de optimizar en cada experimento los parámetros necesarios como se verá más adelante.

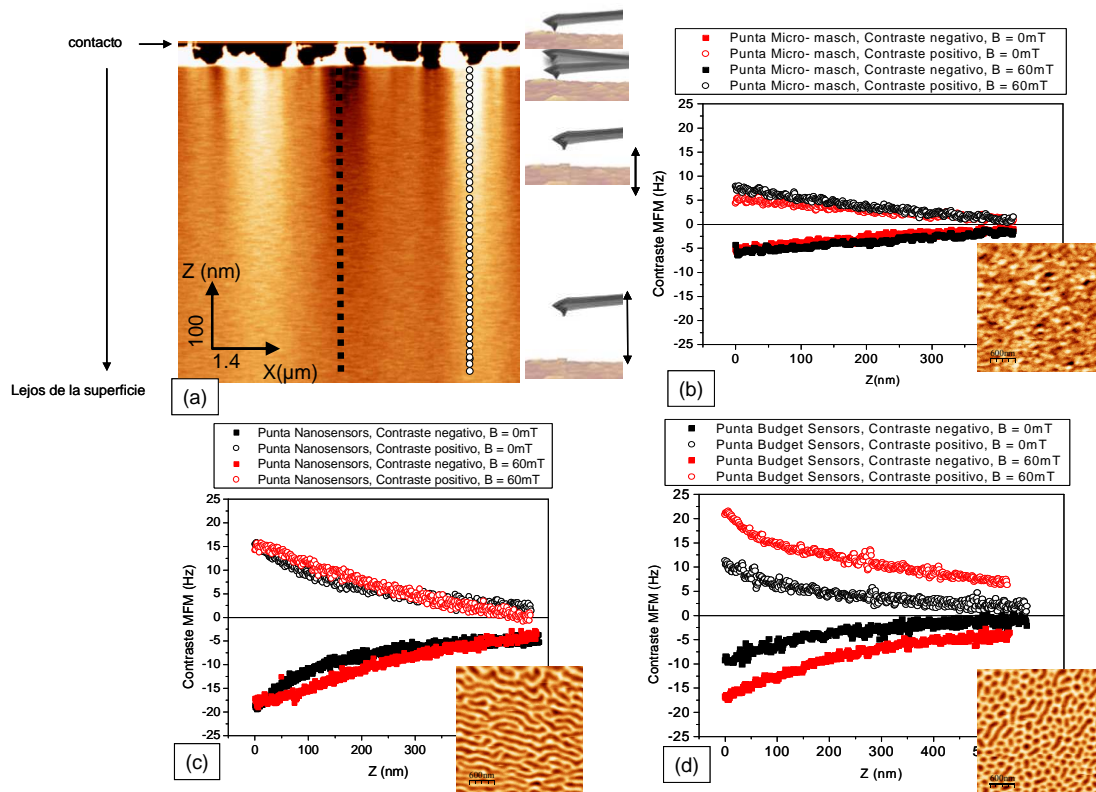


Figura 3.17- (a) Imagen de un modo 3D donde el eje rápido es el barrido en una línea de la superficie y el eje lento es la distancia punta – muestra. Se toman perfiles en los diferentes dominios claro- oscuro con y sin campo aplicado para puntas del tipo: (b) micro – masch, (c) Nanosensors, (d) Budget- Sensors.

3.3.4 Estimación de los campos creados por las puntas

El conocimiento de la influencia del campo que crean las puntas es de crucial importancia para una correcta interpretación de los resultados en las muestras que se van a analizar. Un estudio previo es determinante para saber elegir correctamente el tipo de punta a emplear en cada experimento. En esta sección vamos a estimar los campos creados por los distintos tipos de puntas comerciales empleando una muestra de referencia cuyas propiedades magnéticas son bien conocidas. La muestra en cuestión será un conjunto de nanohilos de Ni embutidos en una membrana de alúmina

porosa con simetría hexagonal. En el *Capítulo 5* se describe en detalle las propiedades de este tipo de muestras y se estudiarán con detenimiento los procesos de inversión de la imanación. En este caso sólo vamos a tener en cuenta que los hilos, por efecto de forma, tienen anisotropía axial, serán monodominios con la imanación apuntando hacia arriba o hacia abajo lo que da lugar a contraste claro y oscuro en la señal de MFM. Con el fin de no limitar los resultados a un único tipo de muestras se van a emplear hilos con características diferentes (*ver Capítulo 5*): muestra # 1 # (diámetro, 180 nm; longitud: 3.6 μm ; periodicidad: 480 nm) y muestra # 2 # (diámetro, 35 nm; longitud: 1 μm ; periodicidad: 105 nm); en ambos casos la relación entre el diámetro y la longitud es $\phi/L \ll 1$.

De los ciclos de histéresis medidos por VSM de ambas muestras (*ver Capítulo 5*) se conoce qué porcentaje de hilos con imanación positiva y negativa quedan en remanencia tras llevar la muestra a saturación (Figura 3.18.a).

El método para estimar el campo que crea la punta sobre este tipo de nanohilos consiste entonces en saturar *ex situ* la muestra con un campo de 1 T en la dirección paralela al eje de los hilos. Al retirar el campo, la muestra queda en un estado de remanencia conocido. Se lleva la muestra al MFM y se mide sin campo externo aplicado, con diferentes puntas, contando el número de hilos con contraste claro y oscuro que aparecen, de tal modo que tenemos un nuevo valor para la remanencia. Viendo cuánto difiere este valor del medido en los ciclos se puede estimar el valor del campo creado por la punta (*stray field*) sobre la muestra.

En la Figura 3.18 se muestran varias imágenes MFM del conjunto de nanohilos correspondiente a la muestra # 2 # (diámetro, 35 nm; longitud: 1 μm ; periodicidad: 105 nm). Cada uno de los hilos presenta dos estados visualizados en la señal de MFM: imanación hacia arriba, antiparalela a la de la punta (contraste claro) o imanación hacia abajo, paralela a la de la punta (contraste oscuro). Se ha partido de saturar la muestra *ex situ*, con un campo de 1T paralelo al eje de los hilos en sentido positivo, de tal forma, que la remanencia en esa dirección debe ser en este caso 0.75 Mr/Ms. Es decir, en las imágenes de MFM en remanencia debería haber un 87.5% de los hilos con imanación hacia arriba (blancos) y el resto con contraste oscuro. En cambio, debido al campo que crea la punta – opuesto a la dirección previa de saturación de la muestra – se inducen cambios irreversibles en la imanación individual de los nanohilos, se produce un incremento de hilos con contraste oscuro y el valor de Mr/Ms es más bajo de lo esperado. Obviamente este proceso de inversión de la imanación inducida

depende de las propiedades particulares de cada punta. Se ha observado que, como era de esperar, puntas con mayor momento magnético inducen cambios más significativos en el valor de la imanación (ver Tabla 3-4).

Punta	Recubrimiento	M (emu)	Mr/Ms	Campo creado (mT)
Veeco Mesp LM	15 nm CoCr	$3 \cdot 10^{-14}$	0.57	32
Veeco Mesp	50 nm Co Cr	10^{-14}	0.38	51
Veeco Mesp HM	150 nm Co Cr	$3 \cdot 10^{-13}$	0.13	69
Nanosensors	40 nm Co Cr	$5 \cdot 10^{-13}$	0.08	73
Micro- masch	60 nm Co	-	0.14	69
NT- MDT	40 nm CoCr	-	0.16	67

Tabla 3-4. Valores experimentales de los campos creados por distintas puntas comerciales sobre el conjunto de hilos de Ni de 35 nm de diámetro, 105 nm de periodicidad y 1 μ m de longitud.

Para evaluar el valor de Mr/Ms de las imágenes de MFM se ha contado directamente el número de hilos con contraste claro y oscuro según la expresión:

$$\frac{M_r}{M_s} = \frac{N_{\uparrow} - N_{\downarrow}}{N_{\uparrow} + N_{\downarrow}} \quad (3.14)$$

donde M_r es el valor de la imanación en remanencia, M_s el valor de la imanación de saturación, N_{\uparrow} y N_{\downarrow} el número de hilos con imanación hacia arriba o hacia abajo (contrastes blanco y negro de las imágenes MFM).

En la Figura 3.18 se muestra la influencia de dos tipos de puntas en la imanación de los hilos. En primer lugar se analizan los efectos de una punta de tipo Veeco Mesp para distintos tamaños de barrido (3 μ m, Figura 3.18.b; 6 μ m, Figura 3.18.c y 8 μ m, Figura 3.18.d). Como se puede apreciar aparecen algunos saltos que disminuyen el valor de la remanencia de tal modo que la punta en esta ocasión ha estado aplicando unos 50 mT, valor estimado a raíz del cambio en el valor de Mr/Ms (de 0.75 a 0.4).

En segundo lugar, se ha escogido una punta Nanosensors. Este tipo de puntas son las que provocan un mayor número de saltos irreversibles en la imanación de los hilos. Las imágenes se corresponden con diferentes áreas de barrido: 3 μ m (e y h); 6 μ m (f e i) y 9.45 μ m (g y j). La serie d-e-f muestra las distintas áreas tras un primer barrido donde se aprecian muchas modificaciones en las imágenes, mientras que la serie g-h-i se corresponden con las mismas áreas pero tras esperar a que se estabilice el proceso. Como se puede apreciar durante el primer barrido se produce un alto número de saltos en la imanación de los hilos, que cambian su contraste de claro a oscuro, mientras que la segunda vez que la punta pasa por la misma zona apenas se producen cambios. Claramente, se han volteado la imanación de muchos hilos que partían con contraste

claro, de tal manera que el valor de M_r/M_s que debía ser 0.75 ha disminuido a 0.08 (tenemos aproximadamente el mismo número de hilos con la imanación en cada sentido). Utilizando este dato y el ciclo de la muestra medido por VSM es posible estimar que la punta ha estado aplicando un campo promedio de unos 73 mT sobre los hilos.

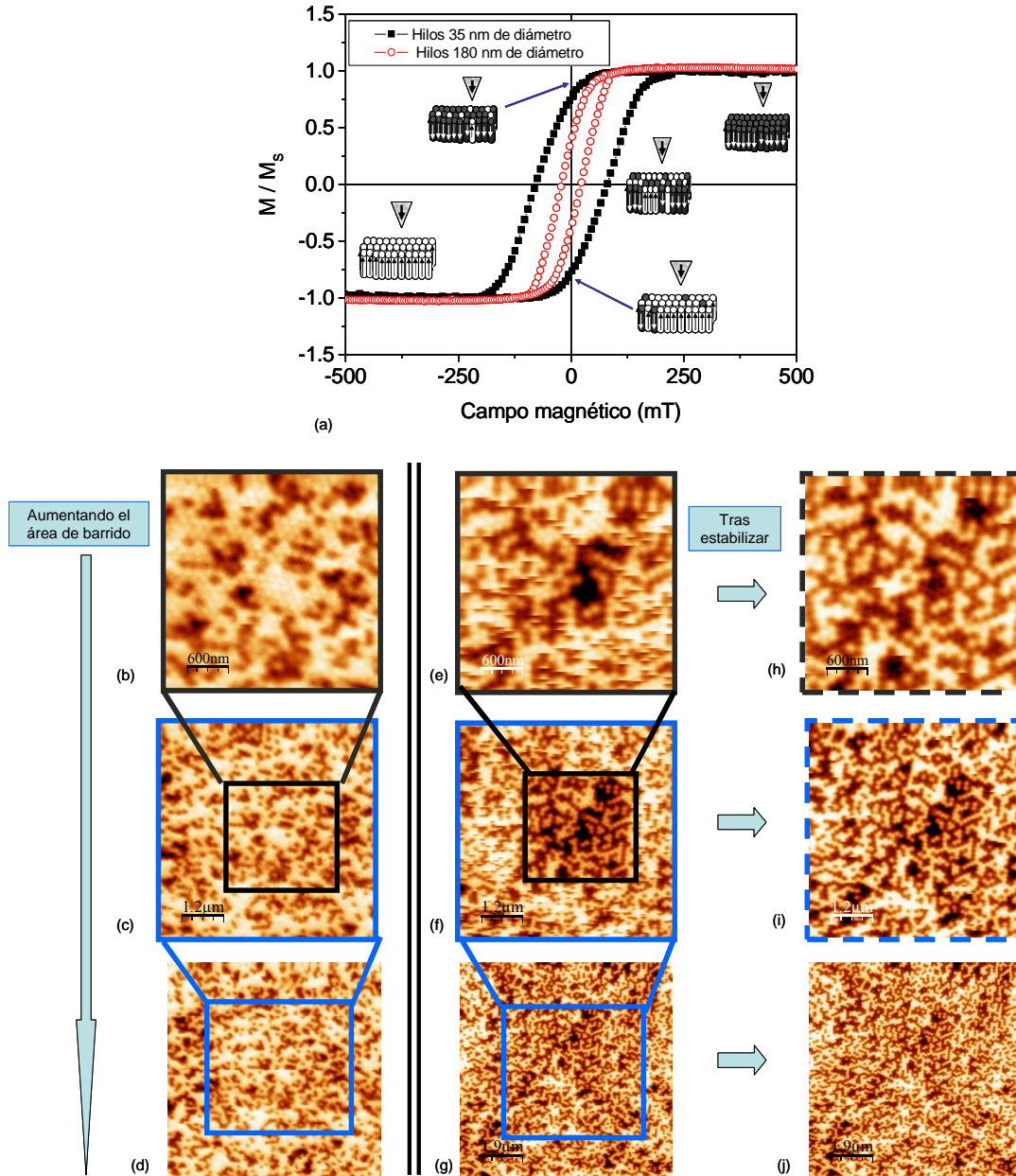


Figura 3.18 (a) Ciclos de histéresis de las muestras de referencia. Imágenes de MFM del conjunto de nanohilos de Ni de 35nm diámetro adquiridas con dos tipos de puntas: (b-d) Veeco Mesp;(e-j) Nanosensors. Punta Veeco: se han medido diferentes áreas de barrido (b) 3 μm ; (c) 6 μm y (d) 8 μm . Punta Nanosensors: se han medido dos grupos de imágenes, la serie 1 se corresponde con una primera pasada para diferentes áreas de barrido (e) 3 μm ; (f) 6 μm y (g) 45 μm donde se aprecia un alto número de saltos en la imanación de los hilos inducidos por el campo de la punta mientras que la serie 2 se corresponde con una segunda pasada para las mismas zonas tras estabilizar el sistema.

Estos efectos observados van a depender obviamente, como ya se ha mencionado, de las características de cada punta, en especial de su momento magnético aunque existen otros factores a tener en cuenta. Uno de ellos es la forma final de la punta que va a jugar un papel determinante. Se ha comprobado que para el mismo tipo y cantidad de recubrimiento magnético (momento) si el radio de la punta es más pequeño (define mejor tanto la topografía como la señal magnética) el número de saltos en la imanación de los hilos es más alto, ya que la concentración de las líneas de campo en cada nanohilo es más acusada, por lo que el campo efectivo creado es mayor. Por este motivo, aunque las puntas Veeco Mesp HM tienen más cantidad de material magnético que, por ejemplo las Nanosensors, el campo que crean estas últimas es mucho mayor porque la geometría final de la punta es más favorable para inducir la inversión de los hilos.

El efecto del campo que crean las puntas para la muestra de hilos de diámetro mayor (180 nm) es algo diferente. El motivo es la diferencia de diámetros entre los hilos que hace que el “efecto punta” (acumulación de las líneas de campo) sea más crítico en el caso de los nanohilos de 35 nm frente a los de 180 nm debido a los distintos procesos de inversión de la imanación. En la Figura 3.19 mostramos dos casos extremos. El punto de partida ha sido de nuevo saturar la muestra con un campo de 1T (*ex situ*) en la dirección positiva. Del ciclo medido por VSM se conoce que en esta situación, el valor de M_r / M_s es de 0.38. Del mismo modo que con los hilos de 35 nm de diámetro, se han hecho imágenes de MFM con diferentes puntas (en las mismas condiciones de oscilación, distancia y velocidad) y se ha contado el número de hilos que hay con contraste positivo y negativo y se ha estimado el valor de la imanación de remanencia con la expresión

(3.14).

La Figura 3.19.a se corresponde con la topografía de la muestra de hilos de 180 nm de diámetro adquirida con una punta del tipo Veeco Mesp-LM; contando el número de hilos que aparecen en la señal de MFM con contraste claro y oscuro (Figura 3.19.b) estimamos que el valor M_r / M_s es de 0.38, con una perfecta correlación con el resultado del ciclo. Es decir, se puede decir que la punta no ha ejercido campo suficiente para modificar la estructura de dominios de los hilos. El caso correspondiente a la Figura 3.19.c y d es ligeramente distinto. Son la imagen de topografía y MFM de la misma muestra, esta vez tomadas con una punta del tipo Nanosensors. En este caso se aprecian algunos saltos en la imagen magnética que hacen que el valor de la remanencia medido sea de 0.245, algo más bajo que el valor macroscópico. Este

desplazamiento indica que el campo efectivo de este tipo de puntas sería de unos 34 mT.

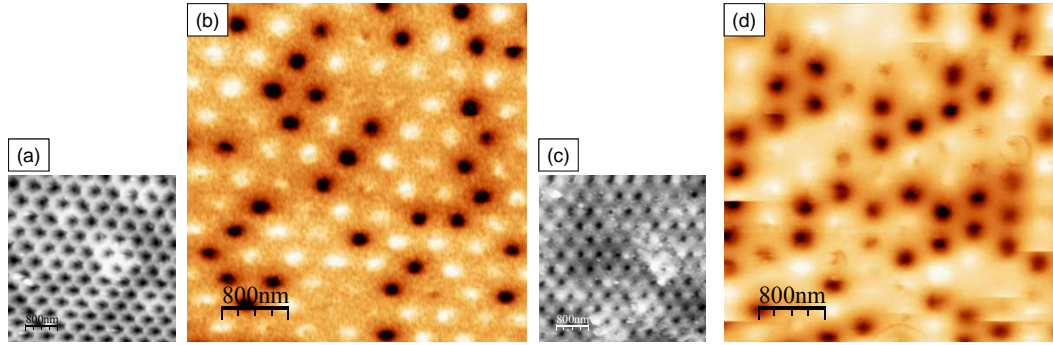


Figura 3.19 (a) Topografía y (b) señal de MFM de la muestra # 1 # adquiridas con una punta del tipo Veeco LM; (c) topografía y (d) imagen magnética de la misma muestra tomadas con una punta del tipo Nanosensors. Nótese los saltos en la imanación de algunos hilos en este caso. Tamaño de las imágenes $4.5 \mu\text{m} \times 4.5 \mu\text{m}$.

Si comparamos los resultados para las dos muestras del campo efectivo creado por distintos tipos de puntas, en función de la velocidad del barrido (es decir, en función de cuanto tiempo esté aplicando el campo la punta sobre la muestra) vemos que los valores son diferentes (Figura 3.20). Como ya hemos dicho, los mecanismos de inversión de la imanación son distintos en los dos tipos de hilos, así que no es de extrañar que la presencia de un campo local creado por las puntas induzca efectos diferentes en base a este hecho: son más acusados cuando los hilos son de diámetro menor. No obstante, siempre se trabajará con velocidades de barrido en torno a $2 \mu\text{m/s}$ de tal modo que estamos en el rango en que el campo creado es aproximadamente constante en cada caso. Además se hacen varias imágenes sobre la misma zona lo que equivale a alcanzar el equilibrio.

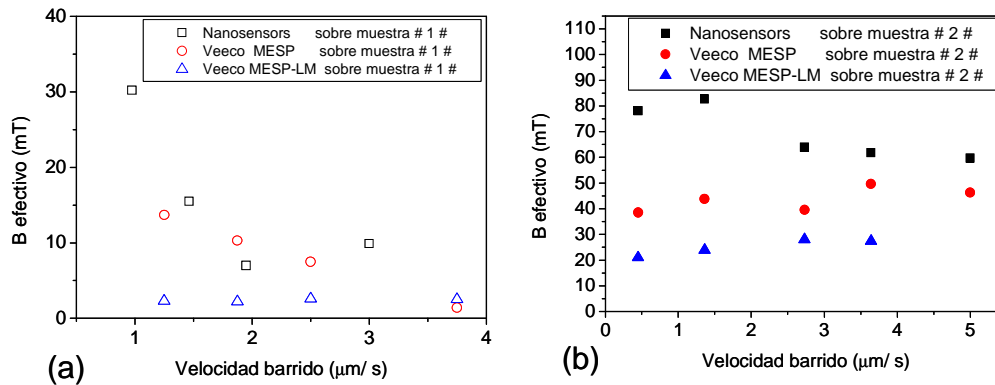


Figura 3.20 (a) Campo efectivo creado por distintas puntas sobre la muestra # 1 # de hilos de 180 nm de diámetro en función de la velocidad de barrido. (b) El mismo proceso para los hilos de 35 nm de diámetro (muestra # 2 #)

Los valores de campos obtenidos por este método serán ante todo una información cualitativa para seleccionar la punta más adecuada para cada experimento. Para una información cuantitativa hay que acudir a modelos teóricos o a otros sistemas experimentales, no obstante, los valores encontrados en la literatura están en buen acuerdo a los resultados presentados en esta sección.

3.4- Puntas fabricadas por *sputtering*

Una vez optimizada la elección de los *cantilevers* que hay en el mercado para los experimentos con campo aplicado, se ha comenzado a estudiar qué parámetros pueden mejorar los recubrimientos magnéticos para llegar al compromiso de modificar lo menos posible las muestras y, a la vez obtener la mejor resolución. Para ello se han utilizado de partida puntas Nanosensors PPP-FM (cuyas características geométricas se mostraban en la Tabla 3-8) no magnéticas; son monocristales de silicio altamente dopado sin ninguna tensión mecánica intrínseca y baja resistividad para evitar cuestiones electrostáticas [Nanosensors tech1].

Para fabricar nuestros propios recubrimientos magnéticos se ha empleado un sistema de *sputtering* (ver Apéndice I). Este trabajo se ha realizado en colaboración con Wagner O. Rosa.

Los materiales que se han depositado han sido Cobalto y Cromo variando las condiciones y parámetros de la deposición. Simultáneamente a los *cantilevers*, se ha depositado sobre sustratos de vidrio que servirán de muestras de referencia para estudiar por separado las características magnéticas del recubrimiento en forma de lámina delgada y piramidal (influencia de la geometría).

Se han realizado varias series de experimentos: (a) variando presión y cantidad de material depositado, manteniendo el tiempo de la deposición constante; (b) variando la presión y el tiempo de deposición, manteniendo constante el espesor de la capa depositada y (c) variando la cantidad de material depositado a presión constante.

3.4.1 Deposición a presión y cantidad de material variable. Tiempo constante

En este apartado se describirán las propiedades de la primera serie de deposiciones en la que se ha depositado cobalto manteniendo constante el tiempo de deposición (240

segundos en todos los casos) Las variables introducidas son la presión de trabajo y, al depender la tasa de deposición de este factor, la cantidad de material depositado. En este caso, al igual que sucederá con el resto de las series, se ha depositado simultáneamente en los *cantilevers* y en sustratos de vidrio de referencia.

En la Tabla 3-5 aparece el resumen de los resultados obtenidos a partir del estudio tanto de los sustratos como de las propias puntas. Las medidas del espesor del material depositado se estiman mediante una balanza de cuarzo para la deposición en sustrato plano siendo difícil de determinar con exactitud el espesor en la pirámide y en la parte final de la punta.

Muestra	Datos de la Deposición		Datos del Sustrato de referencia				Datos de las Puntas		
	Presión (mbar)	Espesor material depositado (nm)	RMS (nm)	Tamaño de grano (nm)	Hc (mT)	m (emu / cm ³)	Hc (mT)	$\delta F / \delta z \cdot 10^{-3}$ (N/m)	$\Delta \omega$ (Hz)
# 1 #	$2.5 \cdot 10^{-2}$	30.5	1.2	17	25	$7.8 \cdot 10^2$	30	1.0	17
# 2 #	$1.9 \cdot 10^{-2}$	44.3	0.7	12	27	$8.7 \cdot 10^2$	48	1.3	30
# 3 #	$1.0 \cdot 10^{-2}$	68.0	0.8	11	21	$1.0 \cdot 10^2$	51	2.8	65
# 4 #	$7.4 \cdot 10^{-3}$	74.5	0.8	14	14.4	$6.6 \cdot 10^2$	37	1.6	38
# 5 #	$8.6 \cdot 10^{-4}$	76.1	0.7	13	8.5	$6.5 \cdot 10^2$	27	0.5	10

Tabla 3-5 - Tabla resumen con los parámetros de la primera serie de deposiciones realizadas a tiempo constante (240 s) variando la presión y la cantidad de material depositado. En el sustrato de referencia se han medido con AFM la rugosidad (RMS) y el tamaño de grano; las medidas de campo coercitivo en el plano de la muestra (Hc ||) y el momento magnético (m) han sido adquiridas por VSM. Para la información de las puntas se ha empleado el MFM

En primer lugar se han analizado los sustratos de referencia. La caracterización de la superficie se ha llevado a cabo con el microscopio de fuerzas. Se han tomado imágenes de topografía en las cuales se han medido tanto los valores de rugosidad (RMS- *Root Mean Square*) como los tamaños promedio de grano (ver Figura 3.21 donde se presentan las imágenes de los dos casos extremos junto con un perfil tomado en la superficie de la muestra # 3 #). Hay que tener en cuenta que estamos en el límite de la resolución de las puntas empleadas aunque se observe una cierta tendencia a medida que la presión es más alta, tanto el tamaño de grano como el valor RMS aumentan.

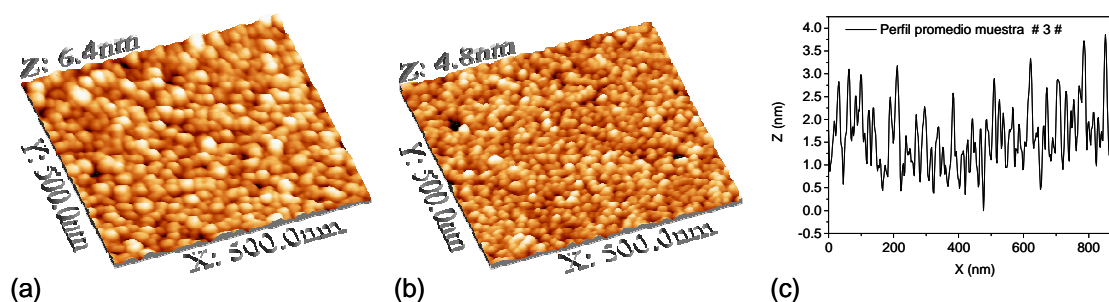


Figura 3.21 Imágenes de AFM en tres dimensiones de (a) muestra #1#; (b) muestra #5#. Tamaño de las imágenes: $0.5\ \mu\text{m} \times 0.5\ \mu\text{m}$ (c) perfil de la superficie de la muestra #3#.

Las propiedades estructurales de las propias puntas serán similares a los sustratos, teniendo en cuenta que es difícil estimar qué sucede exactamente en la parte final de la punta involucrada en el proceso de formación de las imágenes. No obstante, en esta serie hay dos parámetros implicados. En primer lugar, la presión de trabajo, que cuanto menor sea, tanto el tamaño de grano como la rugosidad serán menores, favoreciéndose así una mejor resolución al disminuir el radio final de la punta. Por otra parte, el otro factor a tener en cuenta es la cantidad de material depositado. A mayor cantidad de material magnético depositado, mayor será la sensibilidad hasta que se llegue a un límite en la que el radio de la punta se incremente demasiado y se pierda resolución por este motivo. En este experimento ambos parámetros van en sentido contrario, con lo que es complicado establecer una correcta comparativa. Para ello, se han realizado otras series de deposiciones que se comentarán en los siguientes apartados.

Para las medidas magnéticas de los recubrimientos se ha utilizado el VSM. En la Figura 3.22.b se muestran los ciclos en el plano, que por anisotropía de forma se corresponde con el eje fácil de las muestras al ser láminas delgadas. Se observa una zona de rotaciones, excepto la muestra # 5# que presenta un ciclo de histéresis casi biestable. Dichas rotaciones van desde 300 mT (muestra # 1#), 200 mT (muestra # 2#), 150 mT (muestra # 3#) y 70 mT (muestra # 4#).

Además, en las muestras 4 y 5, a pesar de tener mayor cantidad de material (en la Figura 3.22.a se recuerda la cantidad de Co depositado para cada valor de presión), el momento magnético por unidad de volumen es menor que para el resto de la serie de muestras. Una vez que pasamos de un cierto valor de presión, 10^{-2} mbar, la tendencia es a disminuir el momento según disminuimos la cantidad de material magnético depositado.

En cuanto a los valores de campos coercitivos, el rango de variación es bastante considerable. Para presiones de trabajo más altas, los campos oscilan entre 20 y 30 mT, que son semejantes a los datos técnicos de las compañías. En cambio, para los valores de presiones más bajas, los valores de H_c disminuyen considerablemente.

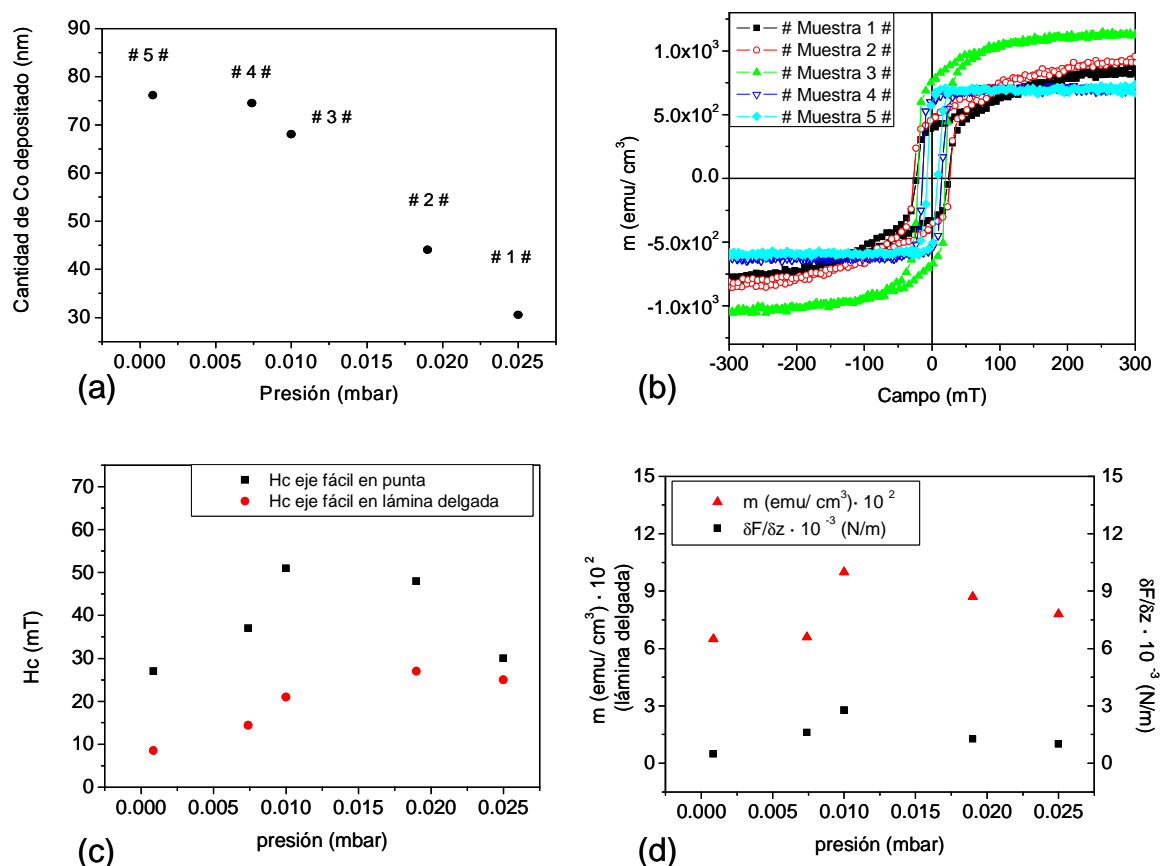


Figura 3.22 (a) Cantidad de material magnético depositado en función de la presión de trabajo; (b) ciclos de histéresis en el plano medidos por VSM de los distintos sustratos de referencia; (c) comparativa de las tendencias en los valores de campo coercitivo de los sustratos y de las puntas (cada uno de ellos en su eje fácil) en función de la presión de trabajo; (d) evolución del momento magnético en lámina delgada con la presión de deposición y su comparativa con el gradiente de fuerzas medido a partir de las imágenes de MFM para las diferentes puntas.

Para el estudio de las propiedades magnéticas de las puntas hemos empleado el VF-MFM. El material se supone depositado de manera uniforme en todo el chip. Como es habitual, se ha empleado un disco duro como muestra patrón y se han realizado ciclos de histéresis *in situ* mediante los modos 3D aplicando campo magnético de forma continua en la dirección axial (el eje fácil de las puntas). Si se representan los valores de campos coercitivos de la parte de material magnético involucrada en el proceso de formación de las imágenes y se comparan con los obtenidos en el sustrato de referencia mediante VSM (ver Figura 3.22.c) se aprecia como la tendencia con la presión es

semejante en ambos casos, teniendo siempre presente que las medidas están tomadas en cada caso en el eje de fácil imanación correspondiente: en el caso de las puntas el campo es axial y en el sustrato de referencia es en el plano, de ahí la diferencia en los valores numéricos.

Lo mismo sucede (Figura 3.22.d), si se comparan los valores del momento magnético en saturación medidos en los ciclos de los sustratos con el gradiente de fuerzas $\partial F/\partial z$. Como se vio en apartados anteriores dicho gradiente se calcula mediante la expresión (3.13) midiendo el desplazamiento en frecuencia ($\Delta\omega$) en perfiles como el mostrado en la Figura 3.23 realizados siempre en las mismas condiciones de medida. De nuevo las tendencias en las propiedades magnéticas en función de la presión de trabajo son similares.

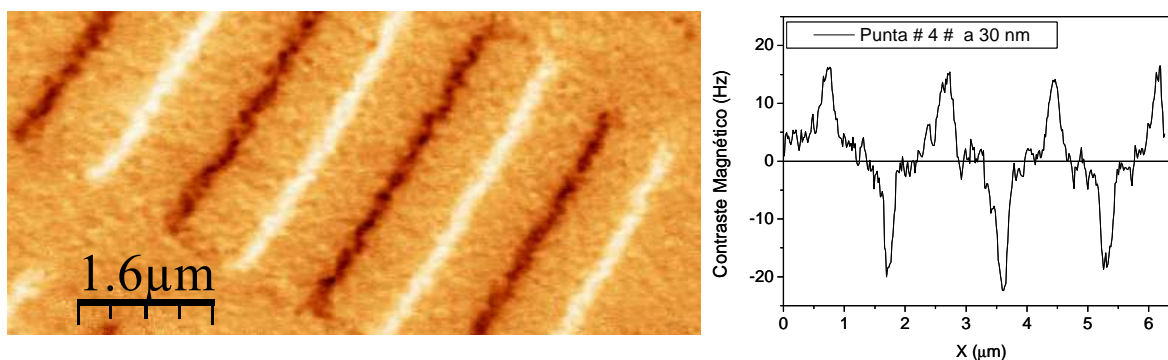


Figura 3.23 -Imagen de MFM de un disco duro comercial adquirido con la punta 4 de esta serie de deposiciones y su perfil correspondiente a una distancia punta- muestra de 30 nm

Dado que en este experimento los dos factores implicados, cantidad de material depositado y presión de trabajo, actúan en sentidos opuestos (menor presión de trabajo implica menor rugosidad pero también mayor cantidad de material depositado) es difícil obtener una tendencia clara en los comportamientos.

Por ello, se han realizado otras series de deposiciones manteniendo dichos parámetros constantes de manera individual.

3.4.2 Deposición a presión y tiempo variable. Cantidad de material constante

En la segunda tanda de deposiciones el material que se ha empleado de nuevo ha sido cobalto y una ligera capa de 2 nm de cromo para proteger de la oxidación (las condiciones de deposición del Cr han sido: $p = 2.5 \cdot 10^{-2}$ mbar durante 64 segundos para todos los casos). De nuevo se ha depositado simultáneamente tanto en las puntas como

en los sustratos de referencia. En este caso se ha mantenido la cantidad de material depositada constante, exactamente 45 nm, variándose la presión de trabajo de Ar^+ . Dado que la tasa de deposición es función de dicha presión de trabajo, se ha ido variando a su vez el tiempo de deposición con el fin de mantener constante el espesor de la capa magnética depositada.

Se han caracterizado en primer lugar los sustratos de referencia a nivel estructural por AFM y a nivel magnético mediante VSM y MFM. Las propias micropalancas se han analizado mediante VF – MFM (ver resumen de los resultados en la Tabla 3-6).

Mediante el microscopio de fuerzas atómicas obtenemos los valores de RMS de los sustratos. Se aprecia una disminución de la rugosidad de la superficie a medida que la presión de trabajo es menor. En cuanto a los valores de tamaño de grano es difícil concluir nada a este respecto dada la limitación de resolución de la punta.

Muestra	Datos de la Deposición		Datos del Sustrato de referencia				Datos de las Puntas		
	Presión (mbar)	Tiempo de deposición (s)	RMS (nm)	Tamaño de grano (nm)	$H_c \parallel$ (mT)	m (emu /cm ³)	$H_c \parallel$ (mT)	$\delta F / \delta z \cdot 10^{-3}$ (N/m)	$\Delta \omega$ (Hz)
# 6 #	$2.5 \cdot 10^{-2}$	310	1.3	13	22	$8.6 \cdot 10^2$	35	1.38	32
# 7 #	$1.9 \cdot 10^{-2}$	262	1.0	13	23	$9.2 \cdot 10^2$	46	1.15	27
# 8 #	$1.0 \cdot 10^{-2}$	167	1.0	14	11	$6.9 \cdot 10^2$	34	1.20	28
# 9 #	$7.4 \cdot 10^{-3}$	142	0.6	13	3	$8.8 \cdot 10^2$	19	1.11	26
# 10 #	$8.6 \cdot 10^{-4}$	144	0.4	14	6.5	$7.5 \cdot 10^2$	17	0.55	13

Tabla 3-6 Tabla resumen con los parámetros de la segunda serie de deposiciones realizadas manteniendo constante el espesor del material depositado (45 nm) variando la presión y el tiempo de deposición. En el sustrato de referencia se han medido con AFM la rugosidad (RMS) y el tamaño de grano; las medidas de campo coercitivo en el plano de la muestra ($H_c \parallel$) y el momento magnético (m) han sido adquiridas por VSM. Para la información de las puntas se ha empleado el MFM

Con el MFM se ha caracterizado a su vez la estructura de dominios magnéticos de los sustratos. En la Figura 3.24 (a – c) se muestran tres de los casos. En la primera imagen, correspondiente a la muestra # 6 # depositada con $p = 2.5 \cdot 10^{-2}$ mbar, se aprecia la oscilación de la componente magnética fuera de plano. Al ir disminuyendo la presión de trabajo, la estructura de dominios va cambiando, mostrándose por ejemplo para la muestra # 8 # ($p=1.0 \cdot 10^{-3}$ mbar), la estructura típica de los denominados *dense stripe domains*. Finalmente, a presiones más bajas ($p = 8.6 \cdot 10^{-4}$ mbar), correspondiente a la muestra # 10 #, la imanación está totalmente en el plano apareciendo en las imágenes de MFM paredes de tipo *cross tie*.

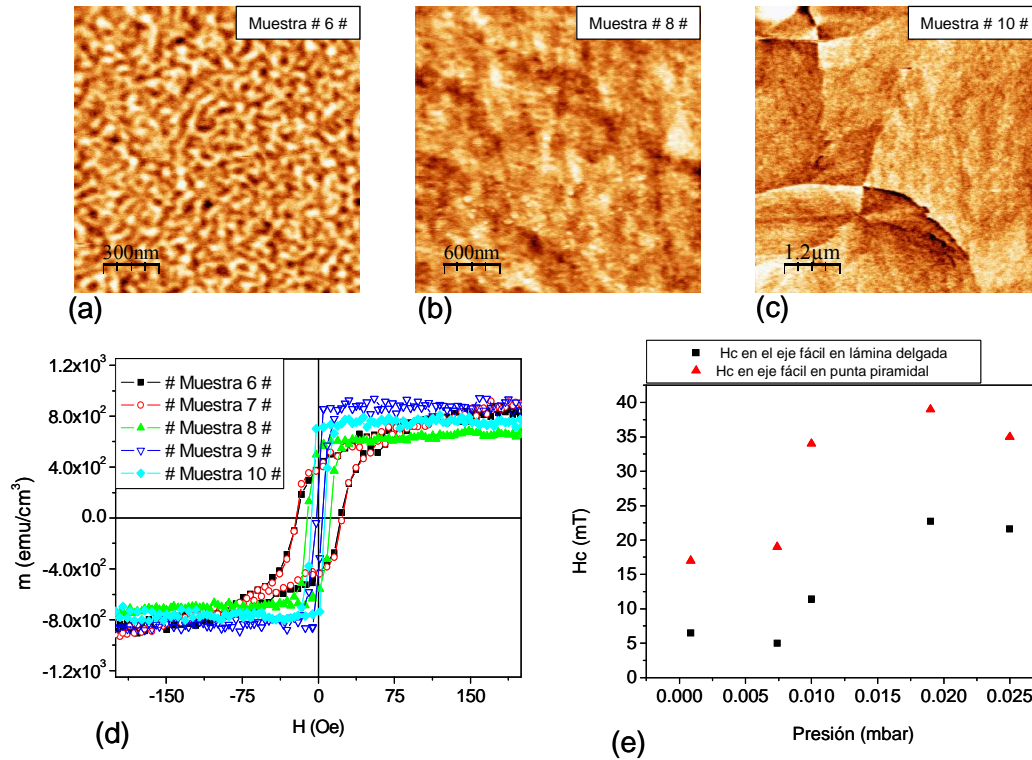


Figura 3.24 (a) Imagen de MFM ($1.5 \mu\text{m} \times 1.5 \mu\text{m}$) del sustrato # 6 # depositado a $2.5 \cdot 10^{-2}$ mbar. Se aprecian las oscilaciones de la componente fuera de plano de la imanación. (b) Imagen de MFM ($3 \mu\text{m} \times 3 \mu\text{m}$) del sustrato # 8 # depositado a $1.0 \cdot 10^{-2}$ mbar. Se aprecian los *dense stripe domains* anclados en algunas paredes en el plano (c) Imagen de MFM ($6 \mu\text{m} \times 6 \mu\text{m}$) del sustrato # 10 # depositado a $8.6 \cdot 10^{-4}$ mbar donde la imanación se encuentra en el plano de la muestra. (d) Ciclos de histéresis medidos en el VSM de los distintos sustratos de esta serie. (e) Comparativa de la evolución de los valores de campos coercitivos de los sustratos de referencia en función de la presión de trabajo.

Con el VSM se han medido los ciclos de histéresis en el plano de estos sustratos de referencia (ver Figura 3.24.d) apreciándose diferentes comportamientos acorde a lo visto en el MFM. A presiones mayores tenemos zonas de rotaciones y valores de campos coercitivos más altos, mientras que a presiones más bajas, el ciclo es más cuadrado y el material se hace más blando. El valor del momento magnético en saturación podríamos decir que es también prácticamente constante.

A su vez, las propias puntas se han caracterizado por el procedimiento habitual, mediante los modos 3D realizados con el VF- MFM. Se han medido ciclos de histéresis aplicando campo en la dirección axial (eje fácil de las pirámides) así como perfiles en las mismas condiciones de medida para comparar los contrastes obtenidos en la muestra patrón. Los datos se recogen en la Tabla 3-6.

Si comparamos los valores de campo coercitivo para los sustratos (eje fácil en el plano) con los obtenidos a través de los modos 3D en la parte de material magnético de las puntas involucrada en el proceso de formación de la imagen (eje fácil axial) se observa

(Figura 3.24.e) claramente la misma tendencia con la presión de trabajo. Esta dependencia de las propiedades magnéticas con la presión para la misma cantidad de material depositado nos proporciona un amplio abanico de posibilidades de fabricación de puntas en función del experimento a realizar. No obstante, además de los cambios en la coercitividad es importante tener en cuenta la variación del gradiente de fuerzas. En la Figura 3.25.a se representa la dependencia de $\partial F/\partial z$ (determinado a través de la expresión (3.13)) con la presión. Como vemos, existe una ligera subida, lo que implica que, a pesar de depositar el mismo espesor de material magnético, al variar los parámetros de crecimiento y , en consecuencia tanto la estructura de dominios como la rugosidad de la capa depositada, la respuesta de la punta también va a ser diferente para distintas condiciones de deposición. El hecho de que puntas realizadas en series diferentes con los mismos parámetros (ver por ejemplo el caso # 2# de la primera serie y la muestra # 7 # de la segunda) presenten el mismo comportamiento, confirma que el proceso es totalmente reproducible y que las variaciones observadas no dependen de cada punta en particular sino del proceso de deposición en sí. En cuanto a los valores del momento magnético de los sustratos de vidrio no se aprecia la misma tendencia sino que se mantienen aproximadamente constantes (Figura 3.25.b).

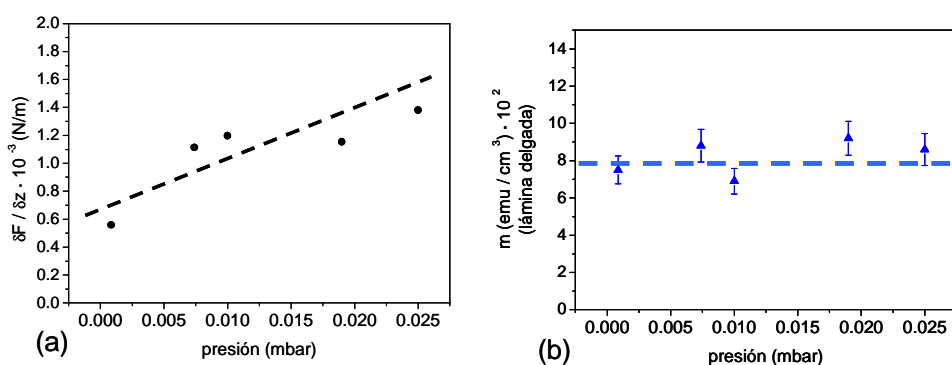


Figura 3.25 (a) Evolución del gradiente de fuerzas de las distintas puntas de esta serie en función de la presión de trabajo. (b) Valores del momento magnético por unidad de volumen medidos en saturación de los ciclos de histéresis de los sustratos para las diferentes presiones de Ar^+ .

En consecuencia gracias a esta serie hemos mostrado una manera de modificar las propiedades magnéticas de las puntas para la misma cantidad de material depositado, simplemente variando la presión de trabajo. El abanico de posibilidades en campos coercitivos y contrastes nos ayudará a elegir la mejor punta en función del experimento a realizar, teniendo un mayor control que con las puntas comerciales al ser muchas veces confidenciales los datos de estas últimas.

3.4.3 Deposición a tiempo y cantidad de material variable. Presión constante

La última serie que aquí se muestra se ha realizado incrementando el tiempo de deposición a presión de trabajo constante de tal modo que se ha ido variando el espesor del material magnético depositado. Se ha seleccionado como valor de presión de trabajo adecuada $1 \cdot 10^{-2}$ mbar. El motivo de esta elección está basado en los resultados previos: se ha visto que para presiones bajas las puntas son demasiado blandas (las puntas comerciales tienen sus valores de coercitividad en torno a 30 mT) y para presiones más altas, los valores de RMS son mayores y, por tanto, la calidad y tamaño final de la punta pueden empeorar.

Por otra parte, el rango escogido de variación de material depositado está entre 15 y 75 nm de Co (además se ha añadido una pequeña capa de protección de 2 nm de Cr depositada a $p = 2.5 \cdot 10^{-2}$ mbar durante 64 segundos para todos los casos). Las puntas comerciales oscilan entre 15 nm de una aleación de CoCr (por ejemplo las de tipo Veeco – LM) hasta 150 nm (caso de las Veeco – HM) pero en este último caso el radio de la punta suele ser demasiado grande. En la Tabla 3-7 se resumen los resultados obtenidos de esta serie de deposiciones. Como es habitual se han depositado conjuntamente con los chips, sustratos de vidrio de referencia.

Muestra	Datos de la Deposición		Datos del Sustrato de referencia				Datos de las Puntas		
	Tiempo de deposición (s)	Espesor material depositado (nm)	RMS (nm)	Tamaño de grano (nm)	Hc (mT)	m (memu)	Hc (mT)	$\delta F / \delta z \cdot 10^{-3}$ (N/m)	$\Delta \omega$ (Hz)
# 11 #	64	15	0.5	1.8	4.5	0.29	7	0.14	1.8
# 12 #	124	30	0.6	2	9.3	0.65	23	0.50	9.5
# 13 #	183	45	0.5	2.2	13.5	0.8	35	1.06	23
# 14 #	258	60	0.6	2.3	27	1.12	34	1.30	31
# 15 #	300	75	0.7	2.5	27	1.23	35	1.65	40

Tabla 3-7- Tabla resumen con los parámetros de la tercera serie de deposiciones realizadas variando el tiempo de deposición manteniendo la presión de trabajo constante en $1.00 \cdot 10^{-2}$ mbar y en consecuencia variando el espesor del material depositado. En el sustrato de referencia se han medido con AFM la rugosidad (RMS) y el tamaño de grano; las medidas de campo coercitivo en el plano de la muestra ($H_c ||$) y el momento magnético (m) han sido adquiridas por VSM. Para la información de las puntas se ha empleado el MFM.

Es bien conocida la influencia del espesor en las propiedades magnéticas de una lámina delgada. Existe un espesor crítico t_c [Hubert 98] para la formación de los denominados *dense stripe domains*, que depende de la imanación de saturación y de la constante de anisotropía perpendicular, K_u . En la serie que nos ocupa, se han medido por MFM los distintos sustratos de referencia y se ha observado como varía la imanación en función del espesor de material depositado (Figura 3.26.a-d). Para el espesor más bajo (15 nm, Figura 3.26.a) tenemos un contraste muy débil, completamente en el plano. Según vamos aumentando la cantidad de Co, el contraste aumenta a su vez y cambia la estructura de dominios, ya que empieza a aparecer un ligero contraste fuera de plano (Figura 3.26.b y c, correspondientes a los espesores 30 y 45 nm respectivamente). Finalmente, como se muestra en la Figura 3.26.d, aparecen los típicos *dense stripe domains*. La imagen se corresponde a la # muestra 14 #. Esta diferencia en los dominios se refleja a su vez en los ciclos de histéresis como podemos ver en la Figura 3.26.e donde se muestran las medidas de los ciclos en el plano de los sustratos medidos por VSM. Se puede ver como el campo coercitivo va aumentando según se incrementa la capa de material magnético hasta que parece que alcanza una saturación. Este hecho sucede de forma similar si analizamos los ciclos de histéresis de la parte de material magnético involucrado en el proceso de formación de imágenes mediante los modos 3D aplicando campo en la dirección axial, como ya se ha detallado en apartados anteriores. En la Figura 3.26.d se compara la evolución de los valores de campo coercitivo tanto de las puntas como de los sustratos apreciándose una tendencia muy similar en función de la cantidad de Co depositado.

También se ha analizado como afecta el aumento del espesor de la capa de Co al contraste de las puntas. Como era de esperar, según lo visto en las puntas comerciales, aumenta de forma lineal tanto el contraste obtenido en una muestra patrón como el gradiente de fuerzas $\partial F/\partial z$ (Figura 3.27.a). No obstante, al ir incrementándose el radio de la punta al depositar cada vez más material magnético se llega a un punto en que la resolución empieza a empeorar por lo que hay que buscar un compromiso entre tener un buen contraste y una resolución suficiente para el tipo de muestras que se quiera estudiar. Así mismo, el campo que emana de la punta también se incrementa cuanto más material magnético se haya depositado. Obviamente, esto es comparable con lo que se observa para los valores de momento magnético en saturación medidos en los sustratos a través de los ciclos de VSM (Figura 3.27.b). No obstante, las pendientes son diferentes dado que en el cálculo del gradiente de fuerzas intervienen otros factores a

tener en cuenta, tales como la constante de fuerzas y la frecuencia de resonancia de la micropalanca (ver expresión (3.13)).

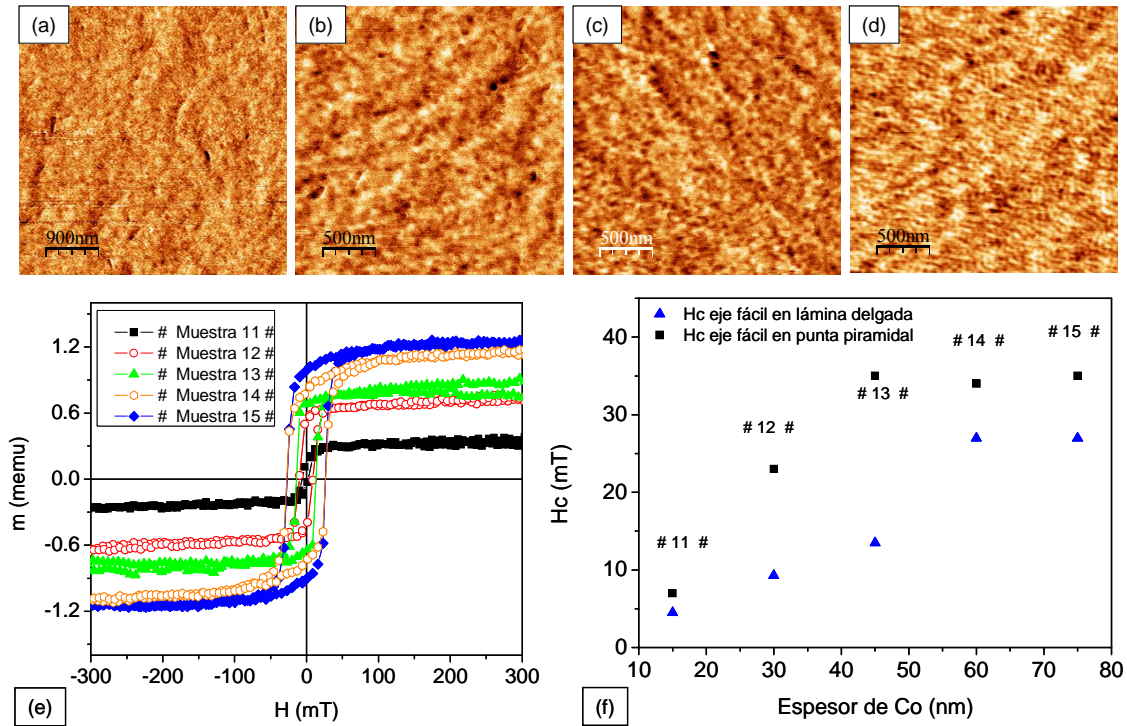


Figura 3.26 (a) Imagen de MFM ($4.5 \mu\text{m} \times 4.5 \mu\text{m}$) del sustrato # 11 # (15 nm de Co): la imanación está en el plano. (b) Imágenes de MFM ($2.5 \mu\text{m} \times 2.5 \mu\text{m}$) del sustrato # 12 # y (c) del sustrato # 13 #: empieza a aparecer la componente fuera de plano. (d) Imagen de MFM ($2.5 \mu\text{m} \times 2.5 \mu\text{m}$) del sustrato # 14 # (60 nm de Co) donde se aprecian los *dense stripe domains*. (e) Ciclos de histéresis medidos en el VSM de los distintos sustratos de esta serie. (f) Comparativa de la evolución de los valores de campos coercitivos de los sustratos de referencia con los de las puntas en función del espesor de la capa de Co.

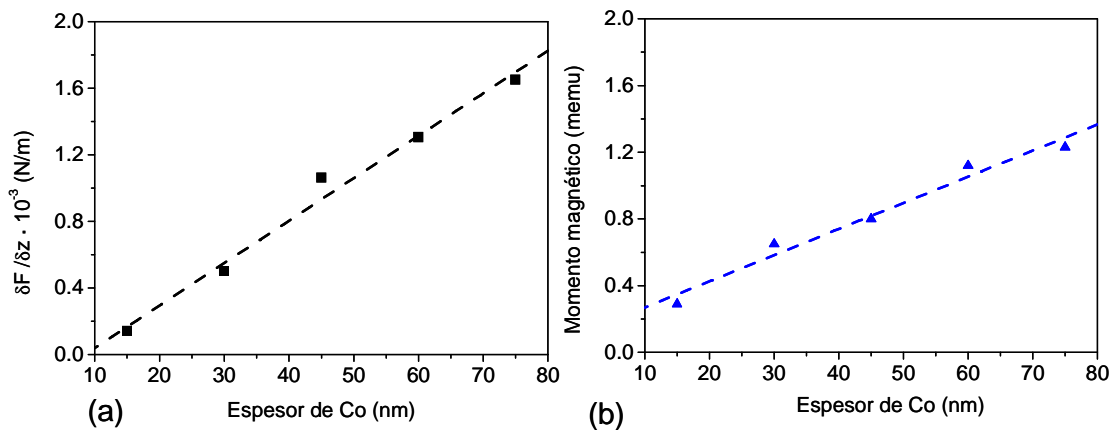


Figura 3.27- (a) Evolución del gradiente de fuerzas de las distintas puntas de esta serie en función del espesor de la capa de Co depositada. Se aprecia una dependencia lineal en el rango que nos ocupa. (b) Valores del momento magnético medidos en saturación de los ciclos de histéresis de los sustratos para los diferentes espesores de la capa de Co. También se tiene una dependencia lineal.

En resumen, estamos en condiciones de tener un amplio rango de valores de campos coercitivos, campos de fuga y resolución para las puntas, seleccionando los parámetros óptimos de deposición, disponiendo así de mucho más recursos que los que se proporcionan en el mercado de puntas.

3.5- Conclusiones

En este capítulo se ha realizado un estudio exhaustivo de las diferentes puntas comerciales, en particular en su comportamiento bajo campos aplicados *in situ*. Se ha caracterizado en detalle como se modifica el volumen de la punta involucrada en el proceso de formación de imágenes al aplicar campos tanto en el eje fácil como en el difícil, dado que la información suministrada por las compañías es, en muchos casos, insuficiente para este tipo de experimentos. El motivo es que la caracterización de los recubrimientos se suele hacer en forma de lámina delgada, y de este modo, se pierde la información de la punta propiamente dicha. Se han diseñado dos métodos alternativos para obtener los mayores detalles de cada proceso: en uno de ellos, a través de diferentes imágenes de MFM con distintos campos se aprecia como va cambiando el contraste debido a la modificación del dominio final de la punta mientras que mediante los modos 3D la información de los valores de coercitividad se obtiene de manera rápida, precisa y directa, teniéndose además información de la forma del ciclo de histéresis local. Se ha estimado también el campo que crean las diferentes puntas sobre una muestra de referencia. Esta información nos será útil a la hora de seleccionar qué tipo de punta es la más adecuada para cada experimento.

Además, se ha trabajado en diseñar, fabricar y caracterizar recubrimientos magnéticos “a la carta” mediante un sistema de *sputtering* de tal modo que, variando las condiciones de deposición del material magnético en cuestión, se obtiene un amplio rango de coercitividades y una adecuada relación entre la sensibilidad necesaria para cada experimento y las perturbaciones que se inducen por el campo que produce la punta.

Actualmente se está trabajando en profundidad en este tema, variando el ángulo de deposición para recubrir únicamente un lado de la punta, de manera que, por efectos de simetría tengamos más resolución y menos perturbaciones. Para ello se está trabajando con diferentes geometrías de punta (piramidales, piramidales rotadas y puntas que minimizan la contribución del *cantilever*).

Artículos publicados relacionados con este capítulo:

- “Calibration of Coercive and Stray Fields of Commercial Magnetic Force Microscope Probes” M. Jaafar, A. Asenjo, M. Vázquez, *IEEE Transactions on Nanotechnology* 7(3) (2008) 245 – 250.

3.6- Anexo Tablas

Fabricante	Tipo	Frecuencia de resonancia	Constante de fuerzas	L - W - t (μm)*	Radio de la punta	Altura de la punta
Veeco	MESP- LM	75 kHz	2.8 N/m	225-28 -3	< 40 nm (20 nm nominal)	10-15 μm
	MESP	75 kHz	2.8 N/m	225-28 -3	< 50 nm (25 nm nominal)	10-15 μm
	MESP -HM	75 kHz	2.8 N/m	225-28 -3	< 65 nm (40 nm nominal)	10-15 μm
Nanosensors	PPP-LM-MFMR	75 kHz	2.8 N/m	225-28 -3	< 30 nm	10-15 μm
	PPP-MFMR	75 kHz	2.8 N/m	225-28 -3	< 50 nm	10-15 μm
Budget Sensors	MagneticMulti75-G	75 kHz	3 N/m	225 - 28 - 3	< 60 nm	17μm
Micro masch	NSC35/Co-Cr/	150 KHz	4.5 N/m	130 - 35 - 2	< 90 nm	15 -20 μm
NT MDT	NSG01/Co	150 KHz	5.5 N/m	130 - 35 - 2	45 nm	10-15 μm

Tabla 3-8- Características técnicas: especificaciones geométricas (*L = Longitud - W =ancho - t= espesor del *cantilever*)

3.7- Referencias

- [Babcock 96]: K. L. Babcock, V. B. Elings, J. Shi, D. D. Awschalom, M. Dugas, *Appl. Phys. Lett.* **69** (5) (1996) 705-707.
- [Budget sensors]: www.budgetsensors.com
- [Carl 01] A. Carl, J. Lohau, S. Kirsch, W. F. Wassermann, *J. Appl. Phys.* **89** (11) (2001) 6098-6104.
- [Casey 99] S. M. Casey, D. G. Lord, P. J. Grundy, M. Slade, D. Lambrick, *J. Appl. Phys.*, **85** (8) (1999), 5166-5168
- [Endo 07] Y. Endo, H. Fujimoto, Y. Kawamura, R. Nakatani, M. Yamamoto, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **310** (2007) 2436-2438
- [Folks 00] L. Folks, M. E. Best, P. M. Rice, B. D. Terris, D. Weller, *Appl. Phys. Lett.* **76** (7) (2000) 909-911.
- [García-Martín 04] J M García-Martín, A Thiaville, J Miltat, T Okuno, L Vila, L Piraux, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **37** (2004) 965-972
- [Gómez 96] R. D. Gómez, E. R. Burke, I. D. Mayergoyz, *J. Appl. Phys.* **79** (8) (1996) 6441-6446.
- [Hartmann 88]: U. Hartmann, *J. Appl. Phys.* **64** (3) (1988) 1561-1564
- [Hartmann 89]: U. Hartmann, *Phys. Lett. A*, **137** (1989) 475-478.
- [Heydon 97] G. P. Heydon, A. N. Farley, S. R. Hoon, M. S. Valera, S. L. Tomlinson *IEEE Transactions on Magnetics* **33** (5) (1997) 4059-4062.
- [Hubert 98] A. Hubert, R. Schäfer "Magnetic Domains" Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1998
- [Hug 98] H. J. Hug, B. Stiefel, P. J. A. van Schendel, A. Moser, R. Hofer, S. Martin, H.-J. Güntherodt, S. Porthun, L. Abelmann, J. C. Lodder, G. Bochi, R. C. O'Handley, *Appl. Phys.* **83** (1998) 5609
- [Kebe04] T. Kebe, A. Carl, *J. Appl. Phys.* **95** (3) (2004) 775-792 y referencias.
- [Liou 99] S.H. Liou *IEEE Transactions on Magnetics* **35** (5) (1999) 3989-3982
- [Lohau 99] J. Lohau, S. Kirsch, A. Carl, G. Dumpich, E. F. Wassermann *J. Appl. Phys.* **86** (6) (1999) 3410 -3417
- [Mamin88] H. J. Mamin, D. Rugar, J. E. Stern, B. D. Terris, S. E. Lambert, *Appl. Phys. Lett.* **53** (1988) 1563
- [Martin 87] Y. Martin, H.K. Wickramasinghe *Appl. Phys Lett* **50** (20) (1987) 1485-1458
- [Mc Vitie 01] S. McVitie, R. P. Ferrier, J. Scott, G. S. White, A. Gallagher, *J. Appl. Phys.*, **89** (7) (2001) 3656-3661
- [Micro -masch]: www.spmtips.com
- [Nanosensors]: www.nanosensors.com
- [Nanosensors tech1]: Nanosensors downloads Point Probe Plus
- [NT-MDT Appl]: NT- MDT application notes: "MFM: Quantitative Results Treatment" y referencias
- [NT-MDT]: www.ntmdt-tips.com

- [Rugar 90] D. Rugar, H.J. Mamin, P. Guethner, S. E. Lambert, J. E. Stern, I. McFadyen, T. Yogi. *J Appl. Phys.* **68** (3) (1990) 1169-1183
- [Rührig 94] M. Rührig, S. Porthun, J. C. Lodder, *Rev. Sci. Instrum.* **65** (10) (1994) 3224-3229
- [Schwarz 08] A. Schwarz, R. Wiesendanger; *Nanotoday* **3**,(1-2) (2008)
- [Scott 99] J. Scott, S. McVitie, R. P. Ferrier, G. P. Heydon, W.M. Rainforth, M.R.J. Gibbs, J. W. Tucker, H. A. Davies, J.E.L. Bishop, *IEEE Transactions on Magnetics* **35** (5) (1999) 3986
- [Streblechenko 96] D.G. Streblechenko, M.R. Scheinfein, M. Mankos, K. Babcock, *IEEE Transactions on Magnetics* **32** (5) (1996) 4124-4129
- [Thomson 00] D. A. Thompson, J. S. Best *IBM J. Res. Develop* **44**, 3 (2000) 311
- [Tomilson 97] S. L. Tomilson, A. N. Farley, *J. Appl. Phys.* **81** (1997) 5029 5031.
- [Veeco] www.veecoprobes.com
- [Veeco tech1] Veeco Support Note No. 257, Rev. C
- [Zhong 08] H. Zhong, W. Peng, G. Tarrach, A. Drechsler, J. Jiang, D. Wei, J. Yuan, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **41** (2008) 085002
- [Zhu 03] Jian-Gang Zhu, *Materials Today* **22** (2003)

4- LÁMINAS DELGADAS DE FePt IRRADIADAS

4.1- Introducción

4.2- Características generales. Proceso de irradiación

4.2.1 Muestra de partida

4.2.2 Proceso de irradiación

4.3- Cambios inducidos en función del tipo de ión empleado

4.3.1 Cambios estructurales

4.3.2 Cambios en las propiedades magnéticas

4.4- Diferencias en función del tipo de máscara

4.5- Cambios inducidos en función de la dosis

4.5.1 Proceso de irradiación. Cambios estructurales

4.5.2 Propiedades magnéticas. Evolución en función de la dosis

4.5.3 Cambios observados en función de la dirección de aplicación del campo.

4.6- Conclusiones

4.7- Referencias

4.1- Introducción

En las últimas dos décadas ha surgido un alto interés en el desarrollo de muestras magnéticas con patrones en la superficie dadas sus potenciales aplicaciones en almacenamiento de datos. En este aspecto, uno de los puntos más relevantes han sido los estudios para conseguir patrones puramente magnéticos por métodos de irradiación selectiva sin alterar la superficie de las muestras, ni su rugosidad ni sus propiedades ópticas. La primera demostración de este hecho fue en 1998 por Chappert y colaboradores [Chappert 98] que consiguieron crear un patrón en multicapas de CoPt irradiando a través de una máscara de resina litografiada. Mediante este tipo de experimentos fueron capaces de alterar los campos coercitivos y la anisotropía magnética en función de los parámetros de la irradiación. Por lo tanto, la combinación del uso de máscaras adecuadas junto con la optimización de dichos parámetros de irradiación, hacen de este tipo de técnicas una alternativa clara para aplicaciones de grabación magnética de alta densidad.

Desde entonces se han realizado diferentes aproximaciones para cambiar, de forma selectiva, las propiedades magnéticas de materiales con alta anisotropía perpendicular como CoPt, CoNi o FePt [Terris 99], [Ferré 99] [Ravelosona 00], [Stanesku 08].

Los cambios inducidos en las propiedades magnéticas son consecuencia de modificaciones estructurales que pueden tener diferentes orígenes. Por ejemplo, alteraciones en las intercaras de una estructura de tipo multicapas, en el orden atómico a corto alcance, en las fases cristalinas o en el grado de orden del material.

Hay diversos factores a tener en cuenta en este tipo de experimentos. Por una parte, la energía de la irradiación, el tipo de ión empleado, la dosis (n° iones/cm²), diferentes propiedades térmicas del material, etc.; en el caso de irradiaciones selectivas, además será necesario considerar las características de la máscara: su espesor, el alineamiento con el haz o el tamaño y la separación entre las zonas cubiertas. Por último, obviamente también hay que considerar las propiedades de la muestra de partida.

En la literatura encontramos diferentes ejemplos: efectos de modificación del acoplamiento de canje tras una irradiación con iones de baja energía que induce un ordenamiento en una muestra inicialmente desordenada de FePt [Ravelosona 00] o, como en el caso que nos ocupará en este capítulo, modificación de anisotropías magnéticas que inducen una disminución en los campos coercitivos en función de la

dosis de la irradiación [Devolder 01], [Rettner 02]. Para un estudio en profundidad leer los artículos de revisión [Fassbender 04] y [Fassbender 07].

En este trabajo se han empleado láminas delgadas de FePt. El FePt es un material ampliamente estudiado [Cebollada 03] dado que una de sus fases, la L1₀, correspondiente a una estructura FCT (tetragonal centrada en las caras), tiene una muy alta anisotropía magnetocristalina ($\sim 7.0 \cdot 10^7$ erg/cm³) que le hace un candidato potencial para aplicaciones en grabación magnética. Los efectos de irradiaciones en este material han sido estudiados por diferentes grupos [Lai 03], [Yang 04], [Hasegawa 06], [Kavita 06] con distintos resultados. En función de los parámetros de irradiación o de las propiedades del material de partida, se puede inducir un ordenamiento dando lugar a la fase L1₀ mientras que en otros experimentos se provoca un decrecimiento de la anisotropía perpendicular tras provocar desorden con el proceso de irradiación.

En este trabajo se ha partido de una fase policristalina de FePt con imanación preferente en el plano y una componente fuera de plano. Como discutiremos a lo largo del capítulo se producirá, a consecuencia de las irradiaciones, una disminución de los valores de campos coercitivos así como una disminución de la componente fuera de plano debido a un proceso de amorfización. Pero lo más interesante serán los cambios que observaremos en las partes de la superficie no modificadas que, por efectos de interacciones magnetostáticas, también se verán afectadas. Para este estudio se empleará la combinación de diferentes técnicas de caracterización magnética, en concreto el VSM, el microscopio de efecto Kerr (MOKE) y el microscopio de fuerzas magnéticas con campo aplicado (VF- MFM).

4.2- Características generales. Proceso de irradiación

4.2.1 Muestra de partida

Las muestras de partida fueron fabricadas en la Universidad de Twente (Holanda) por la Dra. Agustina Asenjo, en el grupo del prof. C. Looder. En este apartado únicamente se hará una breve introducción sobre sus características más relevantes.

Trabajaremos con láminas delgadas de FePt policristalino, de 35 nm de espesor, crecidas por *sputtering* sobre un sustrato de SiO₂ - Si (001) a 400°C. Para conseguir una buena textura (111) en la capa de FePt se realizó la deposición sobre una capa buffer de 28 nm de Pt (111).

i) Caracterización estructural

Para la caracterización estructural se han empleado diferentes técnicas. En primer lugar para un control del crecimiento se han realizado medidas por microscopía electrónica de transmisión (TEM) en la Universidad Rey Juan Carlos. En la Figura 4.1.a se aprecia la estructura gracias a una imagen TEM de una sección transversal de la muestra.

También se han realizado estudios de difracción de rayos X (XRD) barriendo en θ - 2θ con distintos ángulos de incidencia usando la línea K_α del Cu en la Universidad Complutense de Madrid con la ayuda de J. Velázquez. De los resultados mostrados en la Figura 4.1.b y c se deduce que tanto el Pt como el FePt crecen preferentemente en una estructura cúbica centrada en caras (fcc). La película tiene claramente una textura (111), siendo estructuralmente isótropa en el plano.

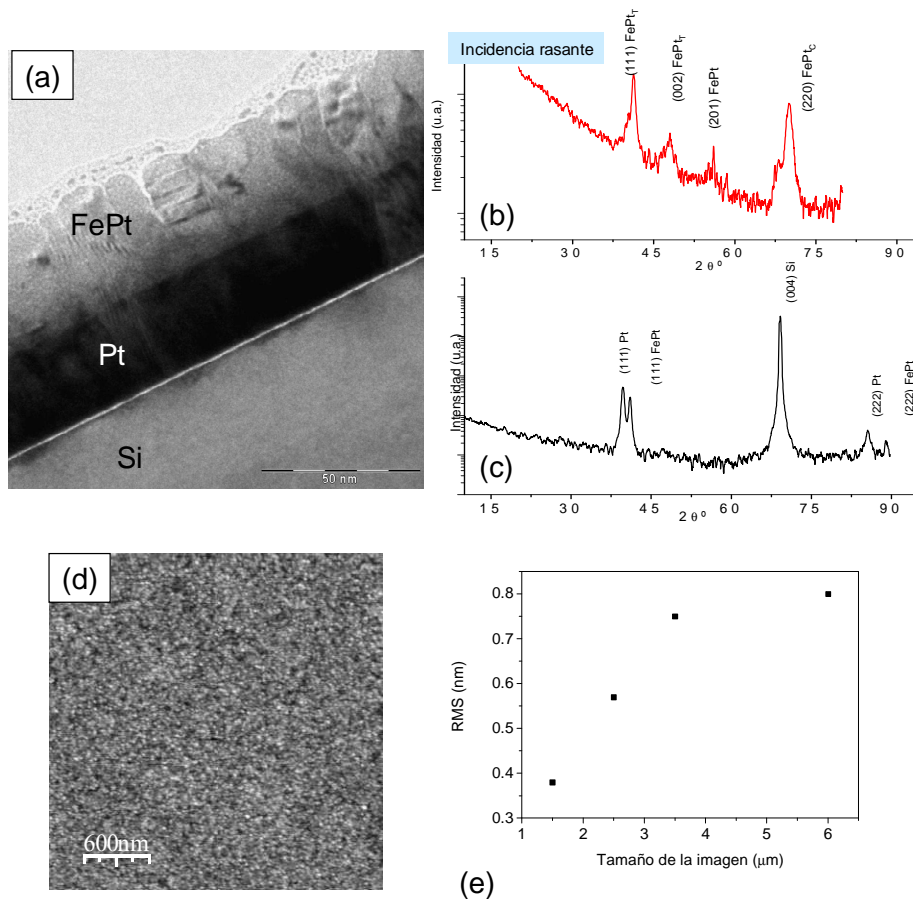


Figura 4.1 (a) Imagen de microscopía TEM de la lámina delgada; (b) rayos X medidos con incidencia rasante donde se obtiene la información más propia de superficie; (c) rayos X en incidencia normal de la muestra de partida (d) Imagen de AFM de la topografía de la muestra de partida Tamaño de la imagen 3 μm x 3 μm . (e) Valor de rms

Además, se ha estudiado la superficie de la muestra mediante microscopía de fuerzas atómicas (AFM) con una punta no magnética en modo dinámico (tipo Nanosensors,

$k = 1.5 \text{ N/m}$ y frecuencia de resonancia de 75 KHz). Como vemos en la Figura 4.1.d la topográfica de la muestra es granulada con un tamaño de grano menor a 50nm y presenta una rugosidad muy baja como se aprecia en la Figura 4.1.e correspondiente al valor *rms* medido por AFM.

ii) Caracterización magnética

La caracterización magnética de la muestra de referencia se ha realizado con diferentes técnicas.

En primer lugar, con el *magnetómetro de muestra vibrante, VSM*, se ha efectuado la caracterización magnética de volumen. Se han medido ciclos de histéresis en el plano y fuera de plano de la muestra. Se observa una clara anisotropía en el plano con una pequeña componente fuera de plano (ver Figura 4.2.a). La existencia de esta anisotropía fuera de plano se puede explicar en términos de *energía magnetostática*. La componente fuera de plano de la imanación oscila hacia arriba o hacia abajo generando lo que en la literatura se conoce como *dense stripe domains* [Hubert 98] con el objetivo de minimizar dicha energía magnetostática.

La caracterización mediante *microscopía de efecto Kerr (MOKE)* se ha llevado a cabo durante mis estancias en el IFW de Dresden bajo la supervisión de los profesores R. Schäfer y J. Mc Cord. Mediante esta técnica se pueden medir ciclos de histéresis de superficie a nivel local, en áreas concretas de la misma, tomando imágenes Kerr a distintos valores de campo y, mediante un software, es posible seleccionar en dicha secuencia de imágenes el área sobre la que se quiere calcular el ciclo, que será el resultado de la evolución del contraste de la señal obtenida en función del campo aplicado [ImageJ]. Además se puede visualizar simultáneamente el proceso de inversión de la imanación. En la Figura 4.2.b se muestran algunos ejemplos donde se comprueba como el ciclo de superficie en el plano de la muestra es equivalente al ciclo en volumen al tratarse de una lámina delgada uniforme. Además se puede visualizar el proceso de inversión de la imanación que se produce mediante formación y desplazamiento de paredes de dominio.

Por último, la caracterización se ha completado con *Microscopía de Fuerzas Magnéticas*. El MFM es sensible principalmente a la componente fuera de plano de la imanación. Por ello, a pesar de que mediante otras técnicas se sabe que la imanación en la muestra está principalmente en el plano, con el MFM tendremos un contraste debido a la oscilación de la componente fuera de plano. Es frecuente visualizar estas oscilaciones

(dense stripe domains) en muestras tipo lámina delgada [Asenjo 00]. En la Figura 4.2.c aparecen junto con una pared de 180° que separa dos dominios con imanaciones opuestas en el plano.

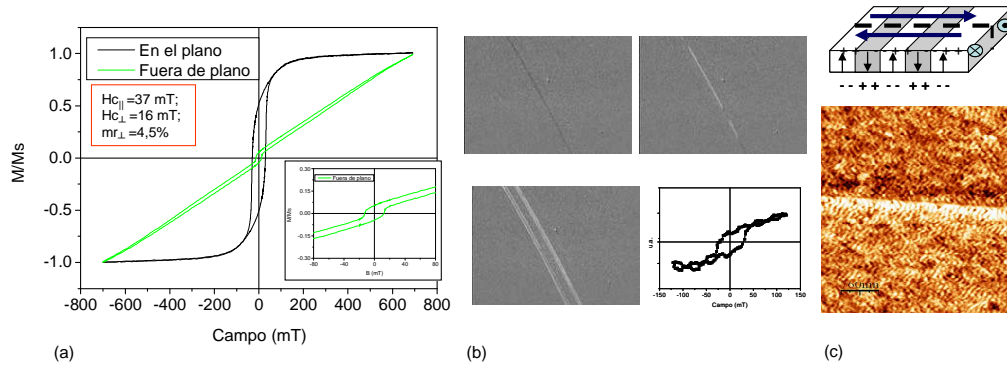


Figura 4.2 (a) Ciclo de la muestra de partida medido por VSM; (b) Caracterización por microscopía de efecto Kerr; (c) Caracterización e interpretación de la señal de MFM.

En resumen, la muestra de partida presenta su eje fácil en el plano a consecuencia de la anisotropía de forma pero con una pequeña componente fuera de plano que será la que predomine en las imágenes de MFM. El proceso de inversión de la imanación se llevará a cabo mediante nucleación y desplazamiento de paredes de dominio.

4.2.2 Proceso de irradiación

Como ya hemos mencionado, existe un alto interés en la comunidad científica por conseguir patrones micro y nanométricos [Menéndez 08] por sus potenciales aplicaciones para almacenamiento de datos, sensores, dispositivos de spintrónica, etc. En este sentido, la irradiación selectiva a través de máscaras se convierte en una alternativa ya que, con los parámetros adecuados se pueden conseguir modificaciones en las propiedades magnéticas de una muestra sin alterar la superficie de la misma.

Para el trabajo presentado en este capítulo se han realizado diversas irradiaciones con iones de alta energía en colaboración con el grupo de J. Jensen y K. Hjort en el *Angstrom Laboratory* de la universidad Uppsala. Los experimentos los ha realizado R. Sanz del ICMM [Sanz 09].

Se han realizado distintos experimentos de irradiación con iones de alta energía de forma selectiva. Para interpretar los efectos producidos en cada caso se han empleado simulaciones calculadas con el programa *SRIM2003* [SRIM]

Se han realizado tres tipos de experimentos: en función del ión empleado, de la dosis y del tamaño de máscara.

Para la obtención del patrón ordenado se han empleado, para la mayor parte de los experimentos que se mostrarán en este capítulo, *máscaras de Cu comerciales* [EMS] con 0.8 mm de espesor. Están formadas por cuadrados con diferentes parámetros de red y tamaños de apertura (varían desde 125 μm hasta 7 μm , ver ejemplo en la Figura 4.3.a). Se fijan a la muestra con un pegamento adecuado que, tras el proceso de irradiación se elimina con una limpieza con acetona y etanol en ultrasonidos. Mediante simulaciones de SRIM se ha comprobado que los iones son frenados totalmente por el espesor de la máscara de Cu en las zonas cubiertas.

Con el objetivo de comparar los procesos a escala más pequeña, también se han empleado otros tipos de máscaras: microesferas *comerciales de Si* de 1.5 μm de diámetro auto - organizadas (Figura 4.3.b) con diferentes configuraciones en función del número de capas que se hayan apilado [Vlasov 01], [Skupinski 07] y *membranas de alúmina porosa* (Figura 4.3.c) fabricadas en el ICMC por R. Sanz (ver detalles de fabricación en el capítulo siguiente). En la literatura encontramos pocos trabajos en este rango de tamaños [Shin 05] por los problemas que se plantean (alineamiento del haz, proximidad entre las zonas modificadas y no modificadas, límite para el frenado de los iones...).

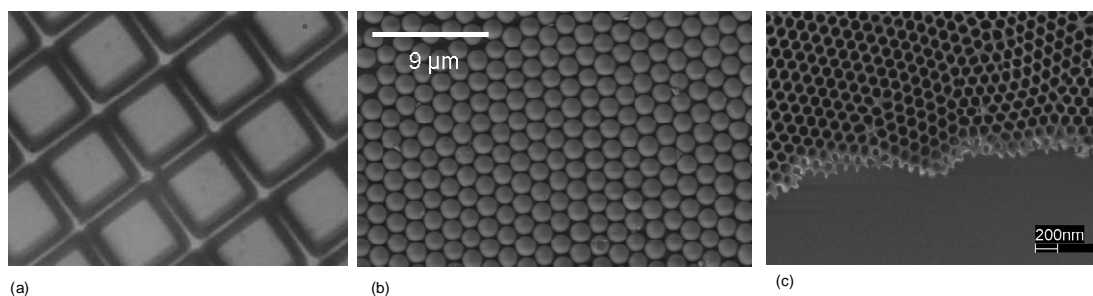


Figura 4.3 -(a) Fotografía tomada con el microscopio óptico de una máscara comercial de Cu. (b) y (c) Imágenes SEM de las microesferas auto- organizadas y de la membrana de alúmina porosa usadas como máscaras en los experimentos de irradiación.

4.3- Cambios inducidos en función del tipo de ión empleado

El primer experimento se analizará la influencia de la irradiación de forma selectiva con dos tipos de iones. En ambos casos se han empleado máscaras de Cu comerciales dando lugar a un patrón de cuadrados correspondiente a las zonas irradiadas.

Los parámetros de la irradiación se presentan en la Tabla 4-1.

4.3- Cambios inducidos en función del tipo de ión empleado

Tipo de ión	Br ⁷⁺	Cl ²⁺
Energía (MeV)	32	4
Dosis	$8 \cdot 10^{13}$ iones/cm ²	$7 \cdot 10^{13}$ iones/cm ²
Máscara	Cu comercial → cuadrados de: 32 μm x 32 μm; separación: 12 μm	Cu comercial → cuadrados de: 113 μm x 113 μm; separación: 12 μm
Porcentaje muestra irradiada	20%	80%

Tabla 4-1- Parámetros empleados en la irradiación en este primer experimento.

4.3.1 Cambios estructurales

Los efectos producidos en la muestra se han determinado empleando las simulaciones de SRIM2003 (ver Tabla 4-2). De acuerdo con los cálculos, los iones han sido implantados a una profundidad de 3.4 μm aproximadamente en el caso de la irradiación con Br ⁷⁺ y de 1.1 μm para los iones Cl ²⁺, distancia mucho mayor en ambos casos que el espesor de la capa de FePt. Además no se espera implantación de iones en la parte del material magnético. No obstante, sí aparece daño significativo en el material a lo largo de la trayectoria de los iones. Las interacciones principales entre el FePt y los iones son debidas a interacciones electrónicas. Como se puede apreciar en la Tabla 4-2 el poder electrónico de frenado S_e es para las dos irradiaciones mayor que el poder nuclear de frenado. Por lo tanto, se puede afirmar que la cesión de energía por parte de los iones a los átomos se ha llevado a cabo mediante interacciones de tipo inelásticas*. Hay que destacar que los iones de Br están más cargados y son más pesados, pero, como veremos a continuación los efectos han sido más marcados para la irradiación con Cl. No hay *sputtering* en superficie en ninguno de los dos casos.

Ión	Br ⁷⁺	Cl ²⁺
Poder Electrónico de Frenado	15 keV/nm	4.8 keV/nm
Poder Nuclear de Frenado	0.27 keV/nm	0.16 keV/nm
Profundidad de implantación	3.4 μm	1.1 μm

Tabla 4-2 Parámetros calculados por SRIM2003 usando una densidad de FePt 14.7 g/cm³.

La caracterización estructural se ha llevado a cabo mediante experimentos de difracción de rayos X (XRD) realizados por J. Velázquez en la UCM. Se han hecho barridos XRD para diferentes ángulos de incidencia. El resultado más relevante ha sido

* La cesión de energía se puede escribir como:

$S = S_e + S_n$; siendo $S_e = (dE/dx)_{\text{electrones}}$ contribución inelástica y $S_n = (dE/dx)_{\text{núcleos}}$ contribución elástica

una amorfización del sustrato de Si tras ambas irradiaciones si bien este efecto es más pronunciado en el caso de los iones Cl (ver Figura 4.4.a). Esto es debido a la profundidad de implantación de los iones. También se observan cambios en la capa de Pt en el caso de la irradiación con Cl. En concreto, una disminución del orden cristalino en el Pt. En la Figura 4.4.b se muestran los resultados obtenidos a incidencia rasante, donde se obtiene mayor información de superficie. Se puede observar que los efectos producidos en el caso de los iones de Br son bastante débiles: se produce un ligero aumento del orden cristalino, como deducimos de un aumento en el pico FePt (111). En cambio para la irradiación con iones de Cl se produce un proceso de amorfización más pronunciado en la superficie de la capa de FePt. No obstante, es necesario señalar que estos resultados de difracción de rayos X se obtienen de la muestra en su conjunto sin distinguir las diferentes zonas por lo que cualquier cambio en los picos podría ser debido a fuertes cambios estructurales en las zonas modificadas. Este efecto puede ser incluso más importante en el caso de la irradiación con Br donde sólo se tiene un 20 % de la superficie modificada frente a un 80 % en el caso del Cl.

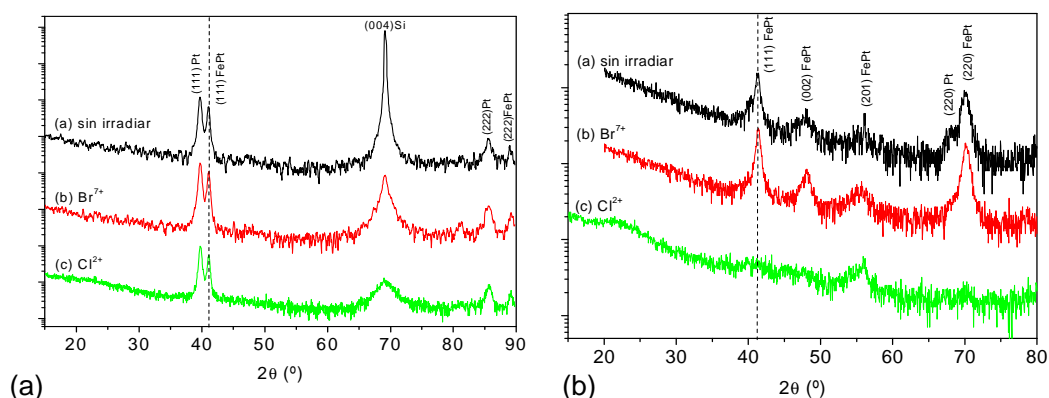


Figura 4.4 Medidas de Rayos X con (a) incidencia normal y (b) incidencia rasante

4.3.2 Cambios en las propiedades magnéticas

A continuación se van a analizar los cambios inducidos en las propiedades magnéticas a consecuencia de la irradiación con los dos tipos de iones.

i) Cambios en los ciclos de histéresis

En primer lugar se han realizado ciclos de histéresis de la muestra en su conjunto (en volumen) mediante el magnetómetro de muestra vibrante (VSM). En la Figura 4.5.a se presentan los resultados de los ciclos en el plano de la muestra de referencia (sin

irradiar) junto con las dos muestras irradiadas. Como se puede apreciar, debido a los efectos de la irradiación en ambos casos, se produce una disminución del campo coercitivo en el eje fácil de las muestras. Además, en el caso de la irradiación con iones Cl aparece un doble salto en el ciclo de histéresis, correspondiente a la superposición de la inversión de la imanación de la zona irradiada con la no irradiada. Cabe destacar que la caracterización magnética en volumen muestra un buen acuerdo con la caracterización estructural por difracción de rayos X, dado que las modificaciones aparecen más acusadas en el caso de irradiación con iones Cl. No obstante, como ya se ha mencionado, es necesario separar qué efectos son producidos por el tipo de ión empleado o por la influencia de la cantidad de superficie irradiada (20% en el caso del Br y en torno a un 80% en el caso del Cl). Por ello, se han realizado estudios a nivel local mediante Microscopía de Efecto Kerr (MOKE) y Microscopía de Fuerzas Magnéticas (MFM). En la Figura 4.5.b se presentan los ciclos de histéresis de superficie medidos por efecto Kerr únicamente de las zonas irradiadas en cada caso, comparándolo con el ciclo de superficie de la muestra sin irradiar. De estos datos, se puede concluir que el campo coercitivo en el plano ha disminuido en los dos casos debido a las modificaciones inducidas por las irradiaciones.

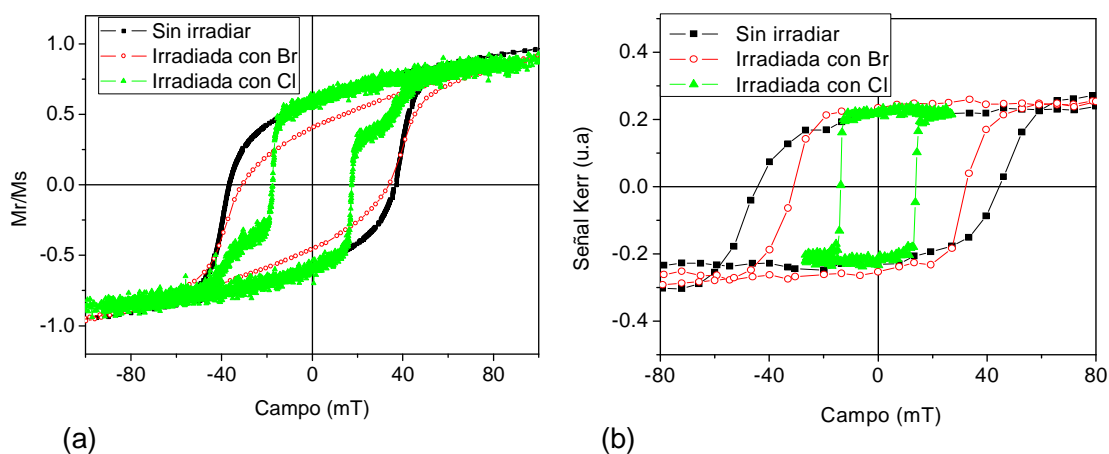


Figura 4.5- (a) Ciclos de histéresis en volumen medido por VSM (b) Ciclo de histéresis de superficie en las zonas modificadas medido por efecto Kerr.

El resultado obtenido por efecto Kerr es independiente del porcentaje de área modificada dado que se ha medido únicamente en las zonas irradiadas. Por lo tanto, se puede concluir que los cambios inducidos son más pronunciados en el caso de la irradiación con iones Cl. El resumen de los resultados se recoge en la Tabla 4-3. Como vemos existe un excelente acuerdo entre los resultados obtenidos por las dos técnicas.

	Muestra de referencia	Muestra irradiada con iones Br ⁷⁺	Muestra irradiada con iones Cl ²⁺
Hc en el plano (VSM)	37 mT	34 mT	17.5 mT
Hc zona irradiada (Kerr)	-	31 mT	14 mT

Tabla 4-3 Resumen de los datos obtenidos a través de los ciclos de histéresis de volumen (VSM) y superficie (Kerr)

ii) Imágenes de la estructura de dominios

Además de los ciclos, mediante el MOKE se han tomado imágenes del proceso de inversión de la imanación a escala micrométrica. En la Figura 4.6 vemos una secuencia de imágenes magneto – ópticas a distintos valores de campos aplicados en el plano en la dirección *y* para la muestra irradiada con iones Br. Se aprecia como inicialmente la muestra está completamente saturada en una dirección (contraste oscuro) pero según se aplica campo en la dirección opuesta a la de saturación, en primer lugar invierten la imanación las zonas irradiadas, a unos 30 mT. En este momento, aparece en la muestra un *patrón magnético* de cuadrados reproduciendo el *grid* de la máscara empleada. El contraste claro de estas estructuras se corresponde a la dirección de la imanación apuntando en sentido contrario al de partida. Si se sigue aumentando el campo, se produce la inversión de las zonas intermedias, las no irradiadas, hasta tener finalmente la imanación de la muestra saturada en la dirección opuesta a la de partida (contraste claro). La inversión de la imanación se produce mediante nucleación y propagación de paredes de dominios.

Del mismo modo, en la Figura 4.7 se muestra el proceso para la muestra irradiada con iones Cl. A pesar de que el tamaño de la zona irradiada es diferente en ambos casos (se tienen áreas modificadas de 32 μm^2 para la muestra irradiada con Br y de 113 μm^2 para el Cl) el proceso es similar a esta escala de tamaños.

Con el fin de completar la caracterización magnética se ha empleado el Microscopio de Fuerzas Magnéticas, con el que se consigue una resolución lateral menor a 30 nm.

Las imágenes de MFM en remanencia se han tomado con una punta comercial de bajo momento (tipo *Veeco Mesp LM*, con un *stray field* estimado en torno a 20 mT en dirección axial) con el fin de minimizar la influencia del campo de la punta sobre la configuración de dominios de la muestra. En la Figura 4.8 se presentan los resultados de las dos muestras irradiadas. No se observan cambios en la superficie de ninguno de los casos. En las imágenes de topografía no se aprecian diferencias ni en el valor *rms* ni en los tamaños de grano entre ambas zonas. En la señal de MFM se visualiza la

componente fuera de plano de la imanación, los *dense stripe domains* que presentaba la muestra de partida. En el caso de la irradiación con Br es difícil distinguir las zonas modificadas ya que apenas se observan diferencias. Esto está de acuerdo con los débiles cambios estructurales y magnéticos observados para la irradiación con este tipo de iones mediante otras técnicas.

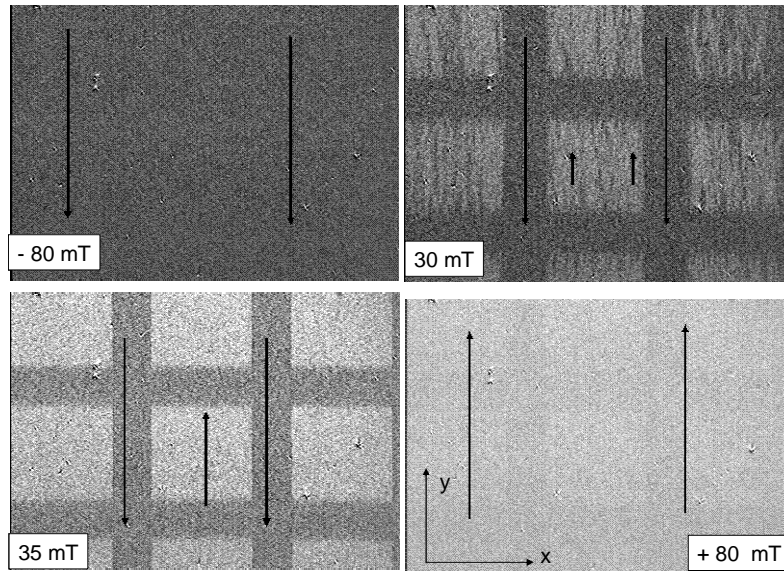


Figura 4.6 Proceso de inversión de la imanación de la muestra irradiada con iones Br medido por microscopía de efecto Kerr. Tamaño de las imágenes: 175 μm x 175 μm

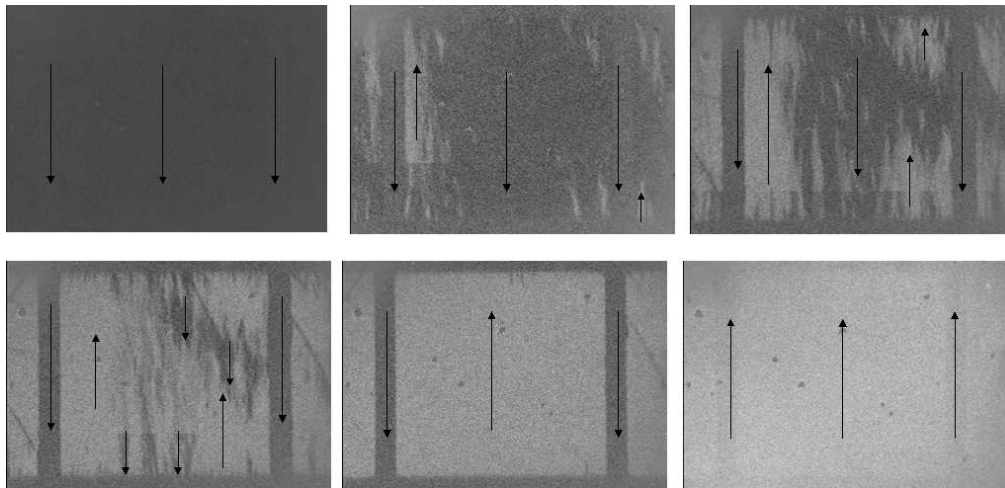


Figura 4.7 Proceso de inversión de la imanación de la muestra irradiada con iones Cl medido por microscopía de efecto Kerr. Tamaño de las imágenes: 175 μm x 175 μm

En cambio, la muestra expuesta a la irradiación con iones Cl presenta una disminución clara de la señal de MFM en las zonas irradiadas. Este descenso del contraste en las áreas modificadas es debido a un decrecimiento de la anisotropía fuera de plano. Presumiblemente este efecto esté asociado a una reducción en el momento magnético más pronunciado en la superficie debido a la amorfización del FePt como ya habíamos

visto. En principio, estos efectos pueden contribuir en el mismo sentido. Esta hipótesis está en perfecto acuerdo con que los *dense stripe domains* observados en ambas regiones tienen la misma periodicidad. Cabe destacar que la amorfización de la muestra deriva en un aumento de la importancia de la anisotropía de forma en contra de la anisotropía cristalina, de tal modo que el eje fácil tiende a estar más aún en el plano de la muestra. Además de las imágenes topográficas y magnéticas también se presenta el resultado de la señal procedente del desplazamiento en frecuencia (Δf) donde se han registrado cambios en el contraste de forma muy significativa para las dos irradiaciones. Es posible que sea debido a las modificaciones inducidas en la capa de Si.

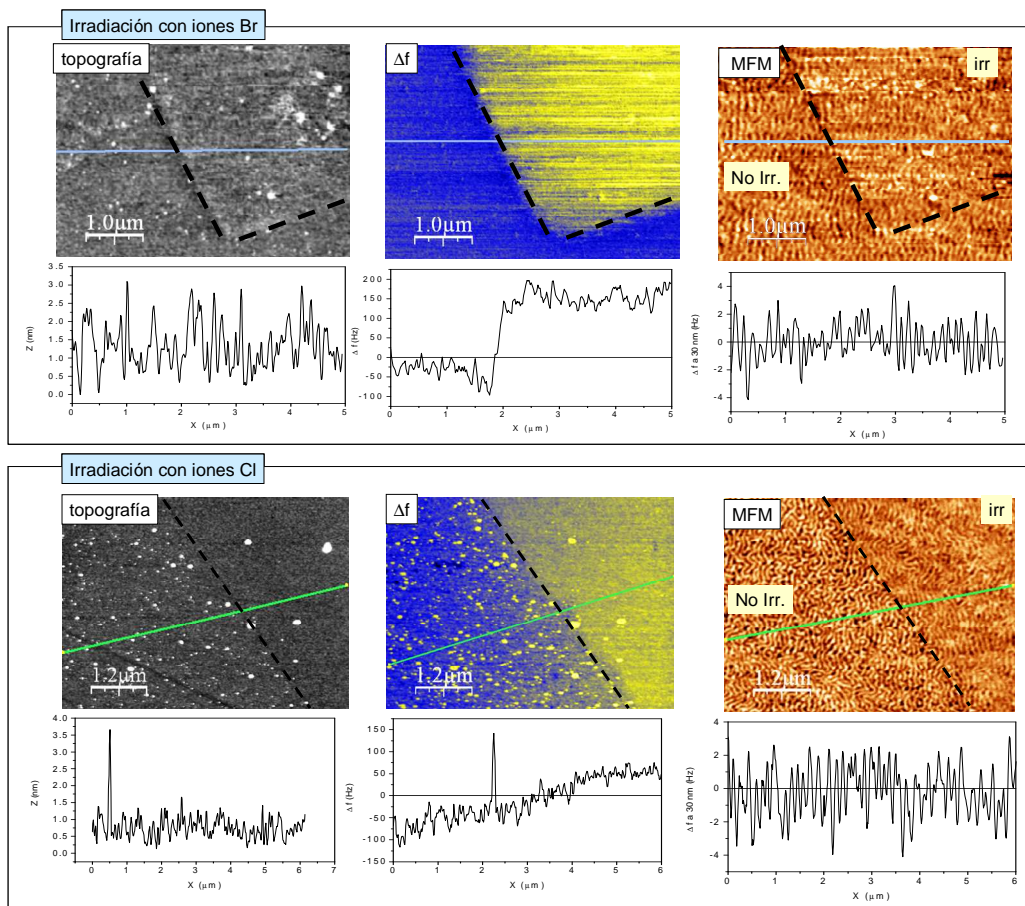


Figura 4.8 - Imágenes de topografía, desplazamiento en frecuencia y señal de MFM con sus correspondientes perfiles para las muestras irradiadas con iones Br y Cl respectivamente donde se aprecian las zonas modificadas y sin modificar (separadas por las líneas discontinuas)

Como conclusión a esta primera serie de resultados, se puede decir que la irradiación con iones Br no ha producido grandes cambios ni estructurales ni, en consecuencia en las propiedades magnéticas. En cambio, para el caso de la irradiación con iones Cl sí se han observado modificaciones importantes a nivel estructural (amorfización) que han provocado cambios acusados en las propiedades magnéticas. Por este motivo los

siguientes experimentos que se mostrarán se han realizado siempre irradiando con iones Cl, manteniendo constante la energía de 4MeV y variando otros parámetros como son el tamaño de la máscara y la dosis.

4.4- Diferencias en función del tipo de máscara

En el apartado anterior, se ha trabajado con máscaras comerciales con tamaño de *grid* diferente. A esta escala de tamaños, esta diferencia no es significativa para los procesos que estamos estudiando. A modo de ejemplo presentamos en la Figura 4.9 dos ciclos medidos por Kerr en la zona modificada correspondientes a una muestra irradiada con iones Cl ²⁺ (4 MeV de energía) con una dosis alta, de $2.2 \cdot 10^{14}$ iones/cm² irradiada a través de un *grid* de tamaño de apertura variable. No se aprecian diferencias significativas ni en la forma de los ciclos ni en los valores de coercitividad.

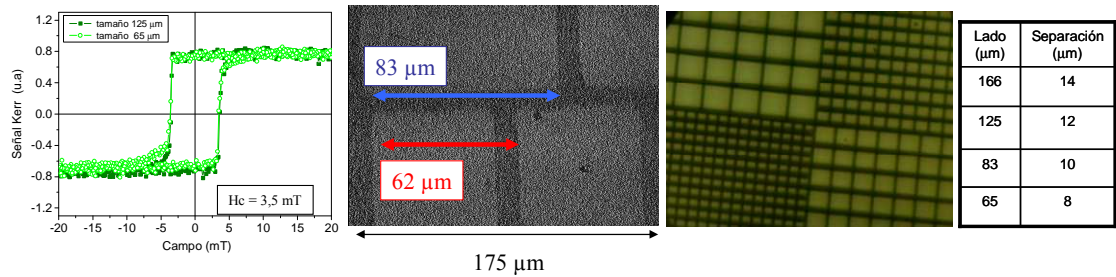


Figura 4.9 Caracterización por MOKE de la muestra irradiada a través de una máscara de tamaño de *grid* variable con una dosis de $2.2 \cdot 10^{14}$ iones /cm²

Como ya mencionamos en la introducción se ha tratado de reducir el tamaño de estos patrones irradiando a través de máscaras nanométricas: microesferas y membranas de alúmina porosa. El hándicap que tienen estas máscaras es que, dado su espesor, no se puede trabajar con dosis muy elevadas para asegurar el frenado de los iones en las zonas cubiertas.

Comenzamos con las muestras irradiadas con una dosis de $0.1 \cdot 10^{14}$ cm⁻². En este caso se han irradiado simultáneamente una muestra a través de una máscara TEM de 7 μm de lado y otra a través de un conjunto auto-organizado de microesferas de Si comerciales con 1.5 μm de diámetro. El esquema del proceso junto con los cambios inducidos en la superficie de la muestra se presenta en la Figura 4.10. En el caso de la muestra irradiada a través de la máscara no se aprecia ninguna influencia en la topografía mientras que los resultados tras irradiar a través de las microesferas son diferentes puesto que como vemos en la imagen de topografía y su perfil correspondiente en la superficie de la muestra se aprecian las señales de donde han

impactado los iones así como las siluetas de las microesferas. Estas marcas que se levantan sobre la superficie unos 30 nm se pueden explicar como restos de carbono del proceso. En los ciclos de histéresis en el plano medidos en el VSM para ambas se puede apreciar como en los dos casos ha habido una disminución del valor del campo coercitivo en el plano aunque no se distingue un doble salto en los ciclos correspondientes a la inversión de la zona blanda y la zona dura respectivamente. Esto implica que los cambios inducidos en las zonas modificadas no han sido suficientes, como se verifica en las imágenes de MFM, pero sí que la topografía ha resultado dañada con lo que este método no es el más adecuado para crear patrones modificados.

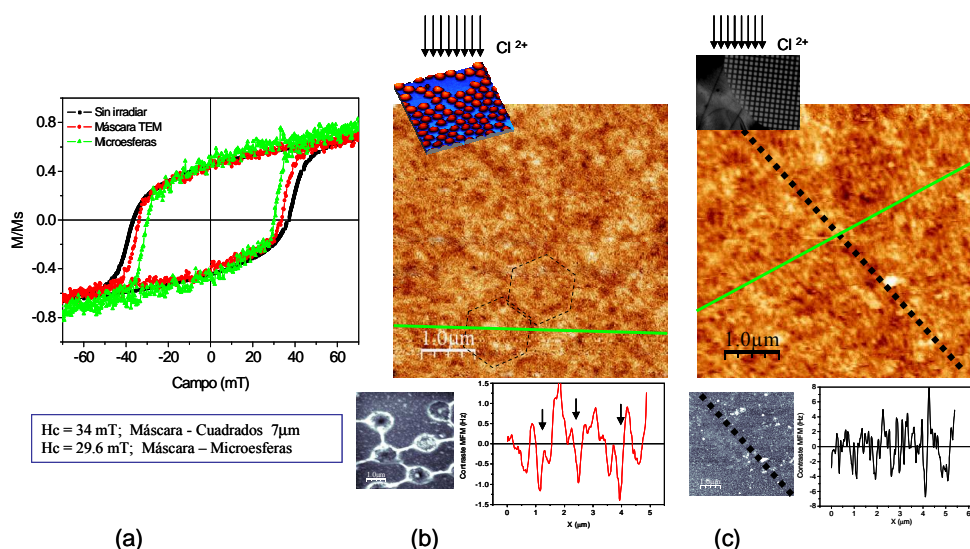


Figura 4.10- Caracterización por VSM y MFM de muestras irradiadas con la misma dosis y diferente tamaño de máscara.

El otro tipo de máscara empleada ha sido una membrana de alúmina porosa (Figura 4.11.a y b). Los parámetros de la irradiación son los mismos que en los casos anteriores excepto la dosis que en esta ocasión es de $0.5 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}$. En las medidas del VSM (Figura 4.11.d) se aprecia que el valor del campo coercitivo ha disminuido considerablemente y en este caso se distingue un doble salto correspondiente a la inversión de las zonas irradiadas (9 mT) y sin irradiar (16 mT). Para esta fluencia, como describiremos más adelante, el valor esperado debería estar en torno a 20 mT. El espesor de la máscara es de unas $3 \mu\text{m}$ que a priori es suficiente para frenar los iones según las simulaciones de SRIM (estimado en unos $2.7 \mu\text{m}$). Pero, debido a los efectos de proximidad y de forma, hemos reducido a la mitad el valor del campo coercitivo para la misma dosis.

No obstante el efecto no es claro en las imágenes de MFM. No se distinguen las dos zonas ni en remanencia (Figura 4.11.e) ni con campo aplicado. Obviamente, dado los tamaños este tipo de estructuras no son válidas para medir por microscopía de efecto Kerr. En definitiva no parece que se aprecie una periodicidad debido a este tipo de máscara pero sí se han modificado claramente las propiedades del material de manera distinta a si se hubiera empleado una máscara de tamaño mayor.

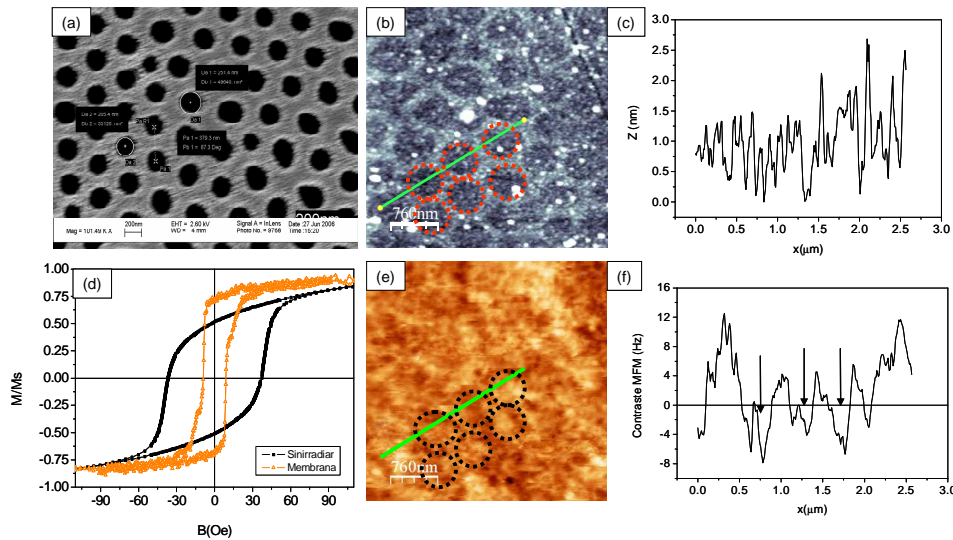


Figura 4.11- (a) Imagen SEM de la máscara emplada; (b) Imagen de la superficie de la muestra por AFM tras la irradiación con su perfil correspondiente (c); (d) caracterización por VSM; (e) imagen de MFM con su perfil correspondiente (f).

En conclusión, este tipo de experimentos han mostrado como el tamaño de la máscara a escala nanométrica varía las modificaciones inducidas por irradiación en las propiedades del material. No obstante, para los estudios que queremos mostrar a continuación, es más adecuado el empleo de máscaras de tamaño micrométrico de modo que podamos distinguir con claridad los efectos producidos.

4.5- Cambios inducidos en función de la dosis.

Una vez visto que los cambios más significativos se producen tras la irradiación con iones Cl con máscaras de tamaño micrométrico vamos a centrarnos en este tipo de experimentos y a estudiar como influye la dosis de la irradiación en las propiedades estructurales y magnéticas. Estos cambios se han caracterizado de nuevo por diversas técnicas complementarias: difracción de rayos X y AFM para la caracterización estructural y VSM, MOKE y MFM para la caracterización magnética.

4.5.1 Proceso de irradiación: cambios estructurales

Para este experimento se han preparado seis muestras como se resume en la Tabla 4-4. La muestra etiquetada como número 1 es la de referencia, que ya hemos descrito en los apartados anteriores. Las restantes se han irradiado con iones Cl^{2+} con una energía de 4 MeV, variando las dosis desde $0.1 \cdot 10^{14}$ iones/ cm^2 hasta $5.1 \cdot 10^{14}$ iones/ cm^2 .

De nuevo, la irradiación se ha realizado a través de máscaras comerciales de Cu de 0.8 mm de espesor para obtener un patrón de zonas modificadas con forma de cuadrados de decenas de micras de lado.

Muestra	Fluencia (iones/ cm^2)	Máscara : Cu comercial	Porcentaje muestra irradiada
I	-	-	0
II	$0.1 \cdot 10^{14}$	Cuadrados de 7 μm de lado (separación 12 μm)	70 %
III	$0.7 \cdot 10^{14}$	Cuadrados de 113 μm de lado (separación 12 μm)	80 %
IV	$2.2 \cdot 10^{14}$	Variable†	60 %
V	$4.0 \cdot 10^{14}$	Cuadrados de 45 μm de lado (separación 12 μm)	85 %
VI	$5.1 \cdot 10^{14}$	Variable†	77 %

Tabla 4-4-Parámetros de las irradiaciones llevadas a cabo en este experimento.

Se ha verificado que la parte sólida de las máscaras frena totalmente los iones, de manera que la irradiación no alcanza las zonas de la muestra cubiertas, quedando los iones implantados a una profundidad mucho mayor que el espesor de la capa de FePt. La energía involucrada en el proceso, como ya se vio en apartados anteriores, está principalmente centrada en la potencia electrónica de frenado. Se pueden despreciar efectos de *sputtering* en superficie, efecto que se confirma también mediante imágenes de AFM.

La irradiación promueve una amorfización en la muestra que se aprecia tanto en el sustrato de Si como en la capa *buffer* de Pt y en la película de FePt. En los resultados observados mediante la caracterización por difracción de rayos X (Figura 4.12) parece que los efectos aumentan con la dosis.

No obstante, de nuevo hay que resaltar el hecho de que la caracterización de las muestras por este método no distingue entre las zonas modificadas y sin modificar. Así

† Se trata de una máscara de tipo TVM400-Cu con diferentes conjuntos de cuadrados de lados: 166 μm , 125 μm , 83 μm y 64 μm .

mismo, una mínima variación en el ángulo de incidencia puede provocar que la información entre unas muestras y otras no sea comparable.

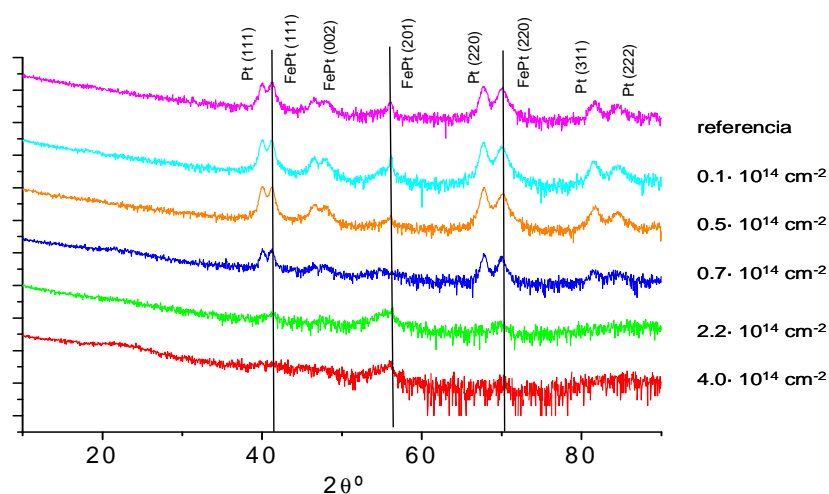


Figura 4.12- Resultados de la caracterización por rayos X

4.5.2 Evolución en las propiedades magnéticas en función de la dosis

En primer lugar se han medido ciclos de histéresis en el plano de las muestras por VSM (Figura 4.13.a). Se puede apreciar como todas las muestras irradiadas, excepto la de menor dosis, presentan un doble salto, correspondiente a la inversión de la imanación en las zonas irradiadas (campo crítico más bajo) y en las zonas no irradiadas. De nuevo es importante destacar que el VSM nos da información de la muestra completa, en volumen, así que en estas medidas hay que tener en cuenta que los porcentajes de zonas irradiadas y no irradiadas varían en cada caso. Por ello se han realizado ciclos de superficie mediante el microscopio de efecto Kerr. En la Figura 4.13.b se muestran los resultados para tres de las irradiaciones, datos que son comparables a los medidos por VSM al tratarse de láminas delgadas. La ventaja del MOKE es la capacidad para seleccionar de manera independiente las zonas irradiadas de las zonas no irradiadas para medir los ciclos en cada una de ellas, como se muestra en la Figura 4.13.c y d respectivamente.

Las medidas selectivas de los ciclos por efecto Kerr permiten analizar con más detalle los cambios inducidos sin tener la influencia del porcentaje relativo de las zonas modificadas. Si nos fijamos en primer lugar en los ciclos correspondientes únicamente a las zonas irradiadas (Figura 4.13.c) se aprecia una disminución del campo coercitivo

con la dosis. Pero además de este efecto, también se ha observado una inesperada evolución del campo coercitivo en las zonas no irradiadas (Figura 4.13.d). Aunque en estas zonas se ha comprobado que no llegan los iones al estar tapadas con las máscaras, también se producen cambios por la interacción con las zonas modificadas como se describirá más adelante.

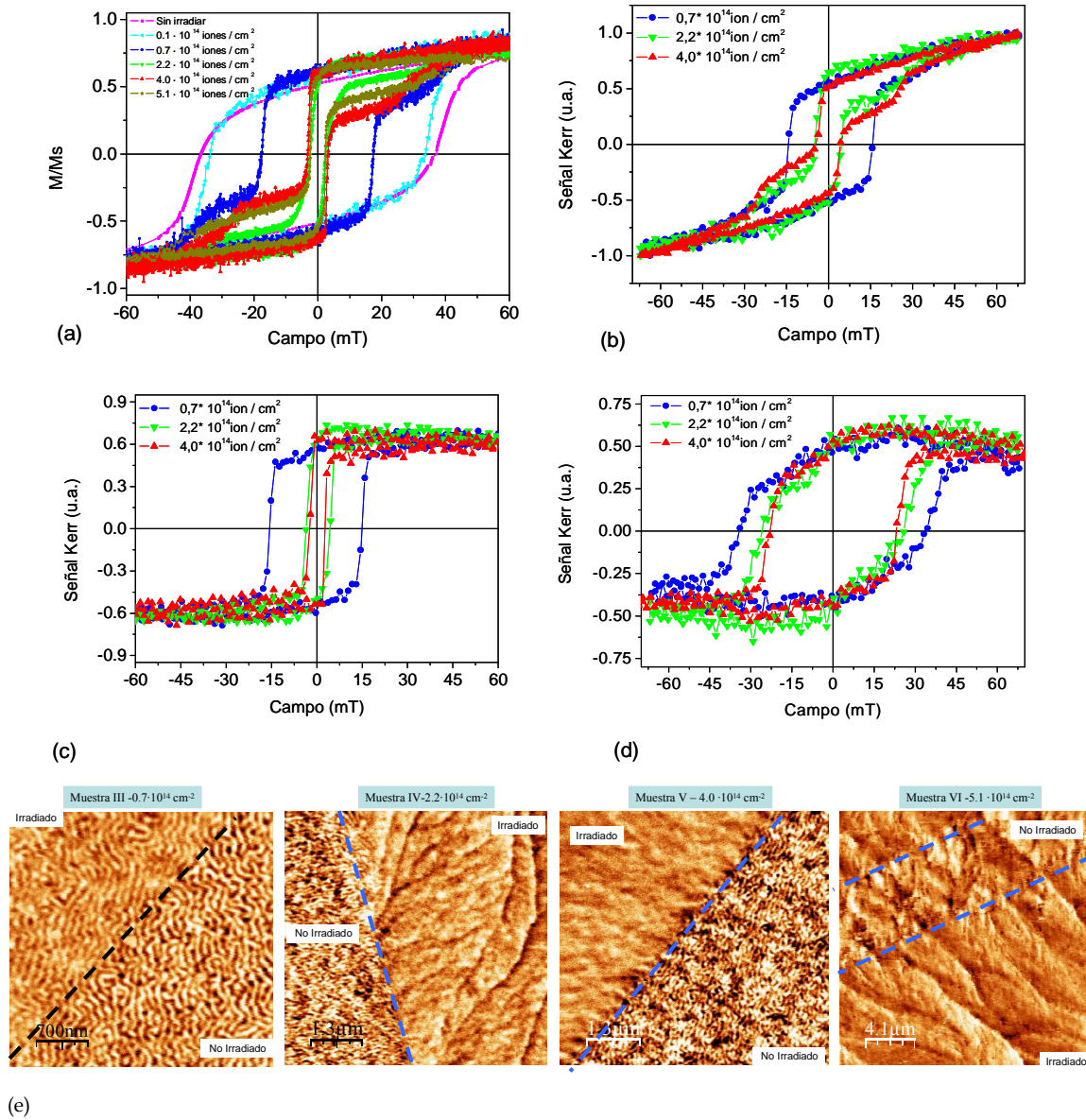


Figura 4.13 (a) Ciclos de histéresis en volumen realizados por VSM de las distintas muestras. (b) Ciclos de histéresis en superficie realizados por MOKE. (c) Ciclos de superficie medidos por MOKE realizados en las zonas irradiadas. (d) Ciclos de superficie medidos por MOKE en las zonas no irradiadas. (e) Imágenes en remanencia de microscopía de fuerzas en función de la dosis: a menores dosis no se distinguen las dos zonas en la señal de MFM, a más dosis empieza a decrecer la intensidad de la componente fuera de plano en las áreas modificadas hasta que finalmente toda la imanación está en el plano. Por último, para la dosis más alta también se pierde la componente fuera de plano de las zonas sin modificar.

El resumen de los resultados obtenidos se muestra en la Tabla 4-5.



Muestra	Fluencia (iones/cm ²)	Hc (VSM) (mT)	Hc (Kerr) zona irradiada (mT) 	Hc (Kerr) zona no irradiada (mT) 
I	Sin irradiar	37	-	-
II	$0.1 \cdot 10^{14}$	34	-	-
III	$0.7 \cdot 10^{14}$	17.5	14	31.5
IV	$2.2 \cdot 10^{14}$	3	2.8	23
V	$4.0 \cdot 10^{14}$	2.5	2.45	19
VI	$5.1 \cdot 10^{14}$	2.4	2	5

Tabla 4-5- Resultados de los campos coercitivos en función de la dosis. Para la muestra II no se aprecian dos saltos mientras que la muestra VI los efectos de la irradiación no dejan separar claramente las zonas modificadas de las no modificadas.

Además de la caracterización por VSM y Kerr donde se ha estudiado la evolución de la coercitividad con la dosis, se ha estudiado cómo ha variado la estructura de dominios con medidas de MFM en remanencia. En la Figura 4.13.e se resumen los resultados obtenidos. No se han apreciado modificaciones en superficie en ninguno de los casos, algo que es importante para las posibles aplicaciones y no es trivial [Hyndman 01]. La evolución de la señal magnética observada está en perfecto acuerdo con las medidas de ciclos de histéresis descritas anteriormente. Para las dosis más baja, $0.1 \cdot 10^{14}$ iones/cm², la señal magnética medida en ambas zonas es idéntica y se corresponde con la oscilación de la componente de la imanación fuera de plano, los *dense stripe domains*. Estos resultados están de acuerdo con las medidas de VSM donde no se observan dos saltos en el ciclo. Al ir aumentando la dosis, en las medidas de VSM comenzaba a distinguirse los dos saltos correspondientes a la inversión de la imanación de las dos zonas por separado. Esto mismo también se observa en las medidas de MFM, donde se aprecian diferencias en la señal magnética entre la zona irradiada y sin irradiar a medida que se aumenta la dosis. En el caso de la muestra III, irradiada con $0.7 \cdot 10^{14}$ iones/cm², sigue observándose la oscilación de la componente fuera de plano pero en este caso la intensidad de los *dense stripe domains* ha disminuido en torno a un 25% en las zonas irradiadas. En todo caso la periodicidad y el tamaño se mantienen constantes. En las imágenes correspondientes a las muestras IV y V, irradiadas con una dosis de $2.2 \cdot 10^{14}$ y $4.0 \cdot 10^{14}$ iones/cm² respectivamente, se observa como en las zonas irradiadas han desaparecido los *dense stripe domains*. La imanación está completamente en el plano. Las zonas sin modificar presentan el contraste habitual. Por último, en la

muestra VI, irradiada con la mayor dosis, $5.1 \cdot 10^{14}$ iones/cm² la imanación de la zona irradiada también está totalmente en el plano pero en este caso, las zonas sin modificar han cambiado radicalmente. Presentan el contraste típico correspondiente a la imanación en el plano lo que implica que han perdido parte de la contribución fuera de plano dado que no se distingue el contraste habitual de los *dense stripe domains*.

En la Figura 4.14 se representan los valores de H_c en función de la fluencia para cada caso. En primer lugar se observa una dependencia exponencial del campo coercitivo de las zonas irradiadas con la fluencia. Los datos experimentales se pueden ajustar a la expresión [Rettner 02]:

$$H_c = H_c^0 \cdot e^{-\beta \cdot \Phi} \quad (4.1)$$

donde H_c^0 es el campo coercitivo de la muestra sin irradiar, Φ es la fluencia (en iones/cm²) y β es un parámetro del ajuste cuyo valor es $\beta = 1.25 \cdot 10^{-14}$ cm²/ion. Este valor obtenido es semejante al que encuentra Rettner y colaboradores. Ellos proponen que la disminución del campo coercitivo con la dosis en multicapas con alta anisotropía es debido al *intermixing* de las intercaras. En nuestro caso, como ya hemos mencionado el efecto más importante son las interacciones inelásticas (poder electrónico de frenado) frente a las elásticas (nuclear) ya que la irradiación se ha realizado con iones más pesados y con otro rango de energías. Este efecto puede activar procesos termodinámicos que induzcan la *amorfización* de la película delgada, dado que finalmente lo que tenemos son capas de Fe y Pt, que debido a esos procesos de calentamiento puede producirse difusión lo que provoca pérdida de orden químico a corto alcance, induciéndose un descenso en la anisotropía.

En la Figura 4.14.c puede verse que la variación del campo coercitivo con la dosis en las zonas no modificadas no sigue la misma tendencia que en las zonas irradiadas. Este efecto lo describiremos más adelante en detalle, pero a grandes rasgos podemos decir que los cambios pueden ser debidos al desarrollo de centros de nucleación en las fronteras con las zonas irradiadas. Por su fabricación, previamente a la irradiación, las muestras no presentan ningún eje fácil en el plano, pero, tras el proceso de irradiación selectiva se han creado unos patrones que sí pueden inducir ejes preferentes en las zonas no modificadas por los iones. Por este motivo, vamos a estudiar este proceso en más detalle, variando la dirección del campo en el plano.

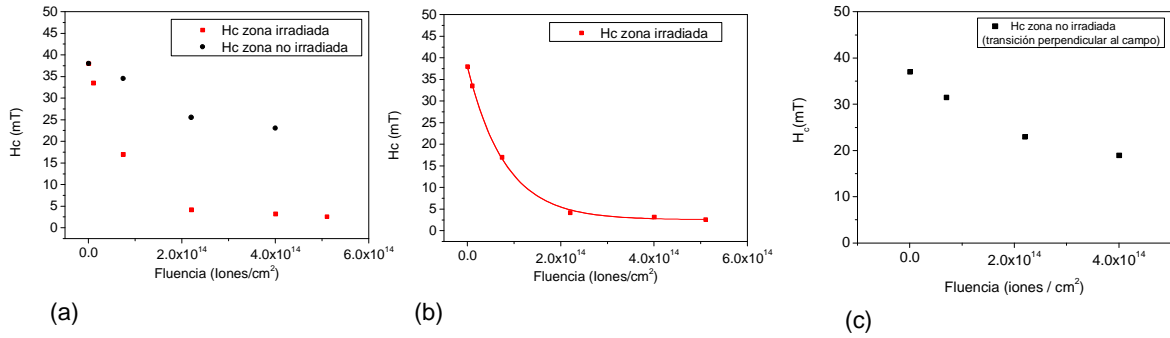


Figura 4.14 (a) Evolución del campo coercitivo en función de la dosis en las zonas modificadas y sin modificar. (b) Evolución del campo coercitivo en función de la dosis en las zonas irradiadas, donde se puede ajustar a una función exponencial. (c) Evolución del campo coercitivo en función de la dosis en las zonas no irradiadas.

4.5.3 Cambios observados en función de la dirección de aplicación del campo.

En el apartado anterior, se había observado una evolución del campo coercitivo en las zonas no irradiadas (Figura 4.14.e). Debido a la irradiación selectiva, se crean ejes preferentes de imanación, con lo que la coercitividad de las zonas no modificadas va a depender de la dirección de aplicación del campo. Además se han observado diferencias en los procesos de imanación tanto en las zonas irradiadas como en las no irradiadas en función a estos efectos.

i) Estudios en función de la historia magnética previa

En primer lugar se ha estudiado el comportamiento de la señal magnética medida en el MFM en función de la historia magnética previa tras saturar las muestras *ex situ* con un campo de 1T en diferentes direcciones.

Por ejemplo, en el caso de la muestra III ($0.7 \cdot 10^{14}$ iones/ cm^2) en la que se tiene contraste de la componente fuera de plano en ambas regiones con diferente intensidad se observa que tras partir de un estado desimanado, en el que la orientación de los *dense stripe domains* es aleatoria en las dos zonas, estos dominios se orientan paralelos a la dirección de aplicación del campo magnético en el plano tanto en la zona irradiada como en la no irradiada. En cambio, para las dosis mayores donde la imanación en las zonas irradiadas se modifica radicalmente, como en el caso de la muestra IV ($2.2 \cdot 10^{14}$ iones/ cm^2) sí se han observado diferentes comportamientos en función de la historia magnética previa. En esta muestra, la zona no irradiada presenta el contraste correspondiente a los *dense stripe domains* mientras que la zona irradiada tiene la

imanación en el plano. En primer lugar nos vamos a centrar en la frontera entre la zona irradiada y no irradiada.

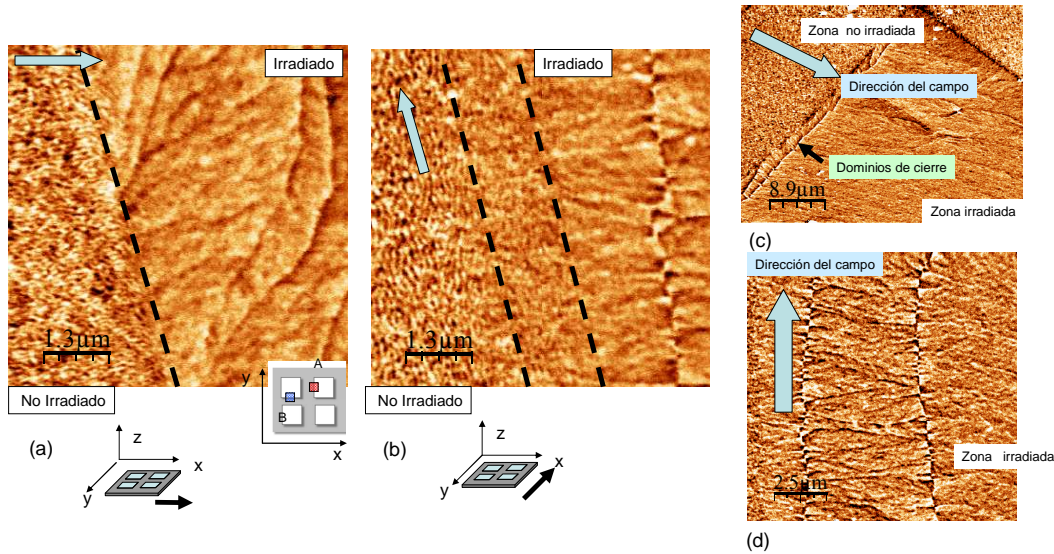


Figura 4.15 Imágenes de MFM de la muestra IV en función de la historia magnética previa tras saturar con un campo en el plano de la muestra (a) paralelo al eje x (b) paralelo al eje y . (c) Formación de dominios de cierre en los lados de los cuadrados perpendiculares a la aplicación del campo; (d) tras aplicar campo en la dirección y se forman paredes de tipo *cross tie*.

Tras aplicar campo en la dirección x tenemos que distinguir dos sectores. Un sector A que será la zona de transición entre las zonas modificadas y sin modificar perpendicular a la dirección de aplicación de campo (Figura 4.15.a) y una zona B que se corresponde con la zona de transición paralela a la dirección del campo. Si la dirección del campo aplicado es paralela al eje y (Figura 4.15.b), las zonas marcadas como A y B invierten sus papeles. Para facilitar el seguimiento vamos a visualizar siempre la zona A. Por tanto, como se muestra en la Figura 4.15.a, tras saturar *ex situ* con un campo en la dirección x se aprecian algunas paredes de dominio en la zona irradiada y como en la zona sin modificar se han orientado los *dense stripe domains* paralelos a la dirección del campo aplicado. La zona de transición en este caso es abrupta.

En cambio, tras aplicar el campo en la dirección y , si visualizamos la misma zona de transición se observa como en la zona irradiada se ha formado otro tipo de paredes en el plano, de tipo *cross -tie*, mientras que en la zona no modificada los *dense stripe domains* se han orientado de nuevo paralelos a la dirección del campo pero en este caso la frontera entre ambas partes no es abrupta sino que el cambio es gradual. Además de las diferencias observadas en las fronteras entre las dos zonas en función de la dirección de aplicación del campo magnético, hemos visto como en las zonas irradiadas se forman diferentes tipos de paredes de dominios. En la Figura 4.15.c y d se

muestran ejemplos de la formación de paredes de tipo *cross tie* y de *dominios de cierre* en los bordes de los cuadrados correspondientes a las zonas irradiada para minimizar el balance energético.

ii) **Procesos de inversión de la imanación**

En este apartado se van a analizar los procesos de inversión de la imanación en dos de las muestras irradiadas con Cl: la muestra III (dosis baja, $0.7 \cdot 10^{14}$ iones/cm²) y la muestra V (dosis alta, $4.0 \cdot 10^{14}$ iones/cm²) ya que los mecanismos de inversión de la imanación son ligeramente diferentes entre estos dos extremos. Se van a comparar los resultados obtenidos de los ciclos de histéresis con técnicas de visualización de dominios, el microscopio de efecto Kerr y el MFM modificado para aplicar campo de forma continua en el plano de las muestras.

La caracterización de la muestra III ($0.7 \cdot 10^{14}$ iones/cm²) se presenta en la Figura 4.16. Se muestra la comparativa de las tres técnicas empleadas. Por una parte, mediante el VSM se tiene la caracterización macroscópica. En el ciclo se aprecian dos saltos correspondientes a la inversión de la zona irradiada y sin irradiar. Con el MOKE, además de medir los ciclos visualizamos el proceso de inversión de la imanación a escala micrométrica. Tras partir de saturar la muestra en el plano, el proceso de inversión comienza en la zona irradiada, por ser la de menor campo coercitivo. El mecanismo se basa en nucleación de paredes y, dado que los campos necesarios para la inversión son relativamente altos, hay numerosos puntos de nucleación. Finalmente, se satura la zona irradiada a unos 25 mT y se invierte la zona sin irradiar hasta concluir con toda la muestra imanada en sentido contrario al de partida. Por último con el VF-MFM podemos caracterizar este proceso a escala nanométrica [Hasegawa 08]. Como ya habíamos visto, el contraste en esta muestra se corresponde a la oscilación de la componente de la imanación fuera de plano, los *dense stripe domains* tanto en la zona irradiada como en la zona sin irradiar. En la Figura 4.16 presentamos la secuencia en la que se satura sólo la zona irradiada aplicando campo magnético en el plano de la muestra. Cabe destacar la diferencia de contrastes respecto a las imágenes Kerr; en este caso, al ser mayor la sensibilidad del MFM a la componente fuera de plano de las muestras en las imágenes lo que se observa es como se orientan los *dense stripe domains* paralelamente al campo aplicado en ambas zonas hasta que, en las zonas irradiadas la

intensidad va decreciendo hasta alcanzar el valor de campo necesario para saturar en el plano.

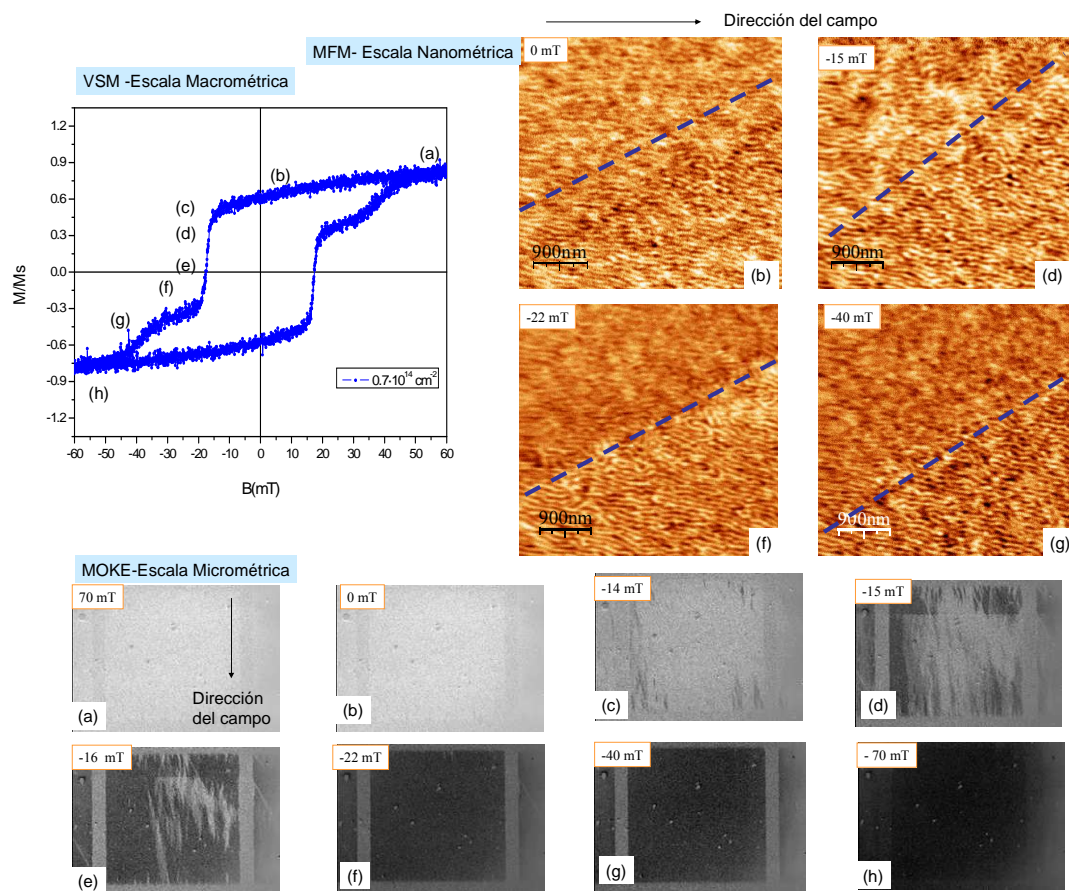


Figura 4.16 Caracterización de la muestra III mediante VSM, MOKE y MFM con campo aplicado. En las imágenes de Kerr se observa el proceso de nucleación y desplazamiento de paredes de dominio mientras que en el MFM vemos la reorientación de la componente de la imanación fuera de plano. En ambos casos los valores de campos aplicados concuerdan con los datos del ciclo de VSM.

En la Figura 4.17 se resumen los resultados obtenidos en la muestra IV (dosis de $4.0 \cdot 10^{14}$ iones/cm²). Se ha realizado una caracterización completa mediante VSM, MOKE y MFM con campo. En el ciclo de histéresis se aprecian los dos saltos correspondientes a los diferentes campos coercitivos en las zonas irradiadas y no irradiadas. Mediante el MOKE se han tomado imágenes de los procesos de inversión de la imanación distinguiéndose en este caso tres zonas diferentes. Partimos en primer lugar de la muestra saturada en el plano en dirección positiva; al ir aplicando campo en sentido negativo invierte en primer lugar la parte irradiada de una forma bastante abrupta, mediante un proceso de nucleación y desplazamiento de paredes de dominios. Esta parte satura a unos 10 mT. A continuación comienzan a nuclear paredes en la zona no

irradiada correspondiente a la frontera con las partes modificadas perpendiculares al campo aplicado. Este efecto, que ya se ha descrito es debido a la acumulación de cargas en esta zona que induce que sea más fácil invertir su imanación respecto al resto de la zona no irradiada, que invierte más tarde. Finalmente toda la muestra acaba saturada en el plano en sentido contrario.

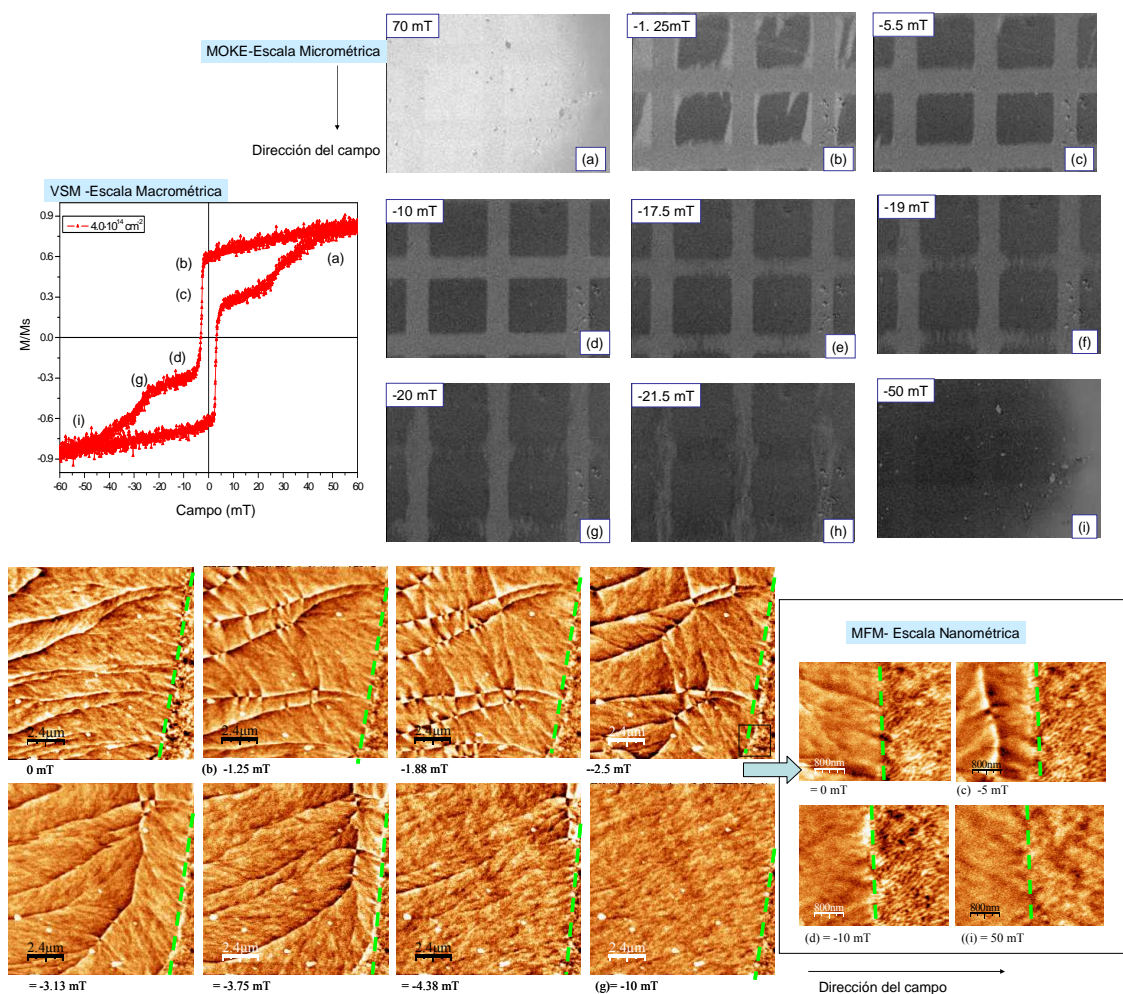


Figura 4.17- Caracterización de la muestra IV mediante VSM, MOKE y MFM con campo aplicado. En las imágenes de Kerr se observa el proceso de nucleación y desplazamiento de paredes de dominio tanto en las zonas irradiadas como en las dos partes de las zonas sin irradiar. Con el MFM también se puede observar el proceso de imanación a escala nanométrica viendo tanto el desplazamiento de paredes de dominio de la zona irradiada como la desaparición del contraste de la componente de la imanación fuera de plano en la zona sin irradiar. En ambos casos los valores de campos aplicados concuerdan de forma excelente con los datos del ciclo de VSM.

Este proceso también se puede analizar a otra escala mediante el VF- MFM. En este caso, tenemos contraste en el plano en la zona irradiada y los habituales *dense stripe domains* en la zona no irradiada. En esta secuencia partimos de una situación de equilibrio tras haber aplicado un campo de 1T *ex situ* en el plano. Al ir rompiendo esta

situación estable aplicando campo en el plano *in situ* de manera constante con el VF-MFM mientras se adquiere la imagen se van formando en la zona irradiada paredes de tipo *cross tie* perpendiculares al campo aplicado que se van desplazando hacia la frontera entre ambas zonas hasta alcanzar el valor correspondiente a la saturación en la zona irradiada (10 mT aproximadamente). En la zona no irradiada, los *dense stripe domains* se han ido orientando paralelos al campo aplicado. Si ahora nos fijamos con más detalle en la frontera entre la zona irradiada y sin irradiar (ver ampliación en la Figura 4.17) podemos visualizar el momento en el que se satura también la zona no irradiada, desapareciendo el contraste de la componente fuera de plano (a unos 40 mT). Los valores de campo magnético que tenemos que aplicar con el VF-MFM están, como se puede comprobar totalmente de acuerdo con los medidos por las otras técnicas.

iii) Evolución de la coercitividad con la dirección del campo aplicado

Ya hemos mencionado que debido a la irradiación selectiva se han formado patrones que inducen la formación de ejes fáciles y difíciles de imanación en el plano en una muestra que previamente no presentaba ninguna anisotropía estructural en ese sentido.

En la Figura 4.18 se esquematiza este proceso para la muestra III. Se muestran tres casos en los que se ha aplicado campo en el plano en diferentes direcciones, paralelo al eje *y*, es decir a uno de los lados de los cuadrados (Figura 4.18.a), paralelo al eje *x* (Figura 4.18.b) y con un ángulo de 45°, en la diagonal de las zonas irradiadas (Figura 4.18.c). Como se puede apreciar, en cada caso se produce en las zonas irradiadas una acumulación de cargas en los bordes perpendiculares a la dirección de aplicación del campo que, al ser energéticamente desfavorable, provoca la aparición de un campo desimanador. Por este motivo, se induce una disminución del campo efectivo necesario para invertir la imanación en esa zona de la muestra, en concreto la zona no irradiada 1, que será magnéticamente más blanda que la zona no irradiada 2 en cada caso. Es decir, tal y como veremos en los procesos de inversión de la imanación, por un efecto de forma provocado por acumulación de cargas tendremos diferencias en los valores de campos coercitivos en las zonas no irradiadas. Para el caso mostrado en la Figura 4.18.c correspondiente a la aplicación del campo con un ángulo de 45° respecto a los lados de los cuadrados se tiene un máximo en los valores de H_c . Esto es debido a que

en la diagonal se crearán menos cargas magnéticas acumuladas en los bordes de las zonas irradiadas por efecto de forma. De este modo se necesitará más campo para invertir la imanación en esas regiones de la superficie (zona no irradiada 3).

Como ya se ha mencionado, a priori la muestra no presenta ningún eje preferente en el plano, lo que se confirma con la equivalencia de los campos coercitivos de la zona irradiada en los casos (a) y (b). El resumen de los resultados de los valores de campos coercitivos obtenidos en estas muestras se recoge en la Tabla 4-6.

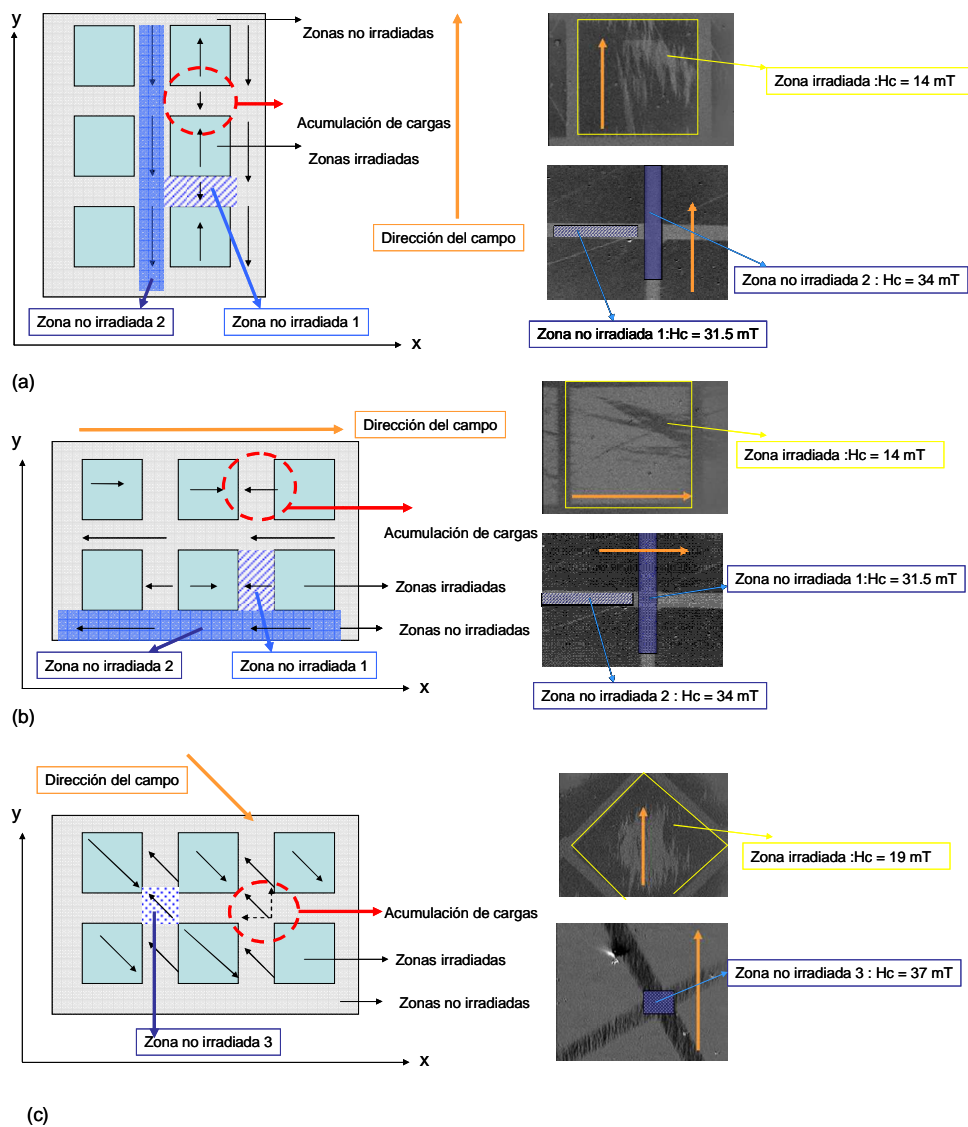


Figura 4.18 Esquema e imágenes Kerr (muestra III) de tres situaciones de aplicación de campo para distintas direcciones de manera que distinguimos diferentes valores de campos coercitivos en las zonas irradiadas y no irradiadas de la muestra.

Muestra	Fluencia (iones/cm ²)	Hc (Kerr) zona irradiada (mT)			Hc (Kerr) zona no irradiada (mT)		
III	$0.7 \cdot 10^{14}$	14	14	19	31.5	34	36
IV	$2.2 \cdot 10^{14}$	2.8	2.8	4.2	23	27.4	30
V	$4.0 \cdot 10^{14}$	2.45	2.45	2.9	19	21.5	28

Tabla 4-6- resumen de los resultados obtenidos en función de tres direcciones de aplicación del campo.

Para completar este estudio, se ha escogido la muestra V y se han realizado ciclos con MOKE en función del ángulo de aplicación del campo. En la Figura 4.19 se presentan los resultados. Se ha representado el campo coercitivo medido directamente (puntos cerrados) de los ciclos y el campo coercitivo calculado en función de sus componentes angulares (puntos abiertos).

Es decir, Hc se puede representar en función de $H_{cx} = Hc/\cos\theta$ y $H_{cy} = Hc/\sin\theta$ dando en los dos casos una función simétrica con un máximo a 45°. En cambio, mientras que para la zona irradiada el ajuste con los valores medidos es excelente, para la zona no irradiada empieza a desviarse tras pasar por el máximo. Esto es debido a la asimetría de las zonas no modificadas por los efectos de acumulación de cargas

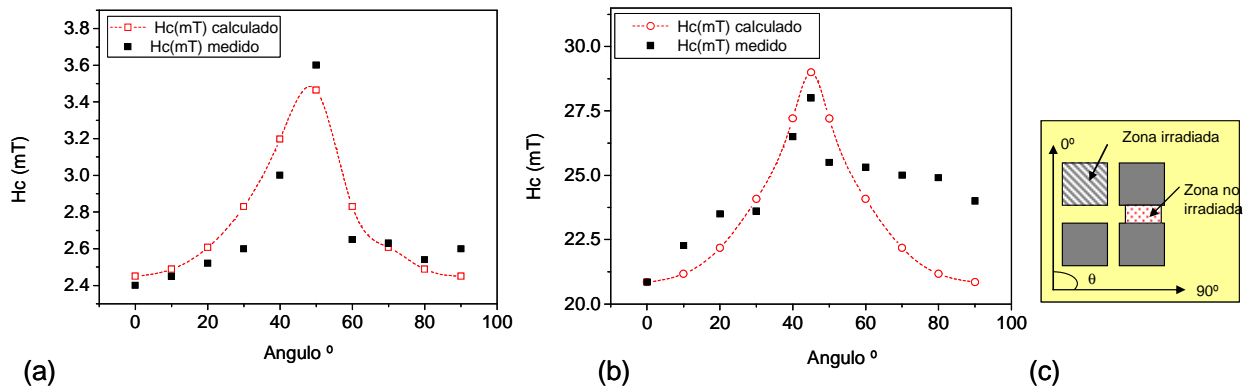


Figura 4.19- Valores experimentales y calculados de los campos coercitivos para la muestra V en función del ángulo de aplicación del campo para las zonas (a) irradiadas, (b) no irradiadas; (c) esquema del proceso.

4.6- Conclusiones.

En este capítulo se han analizado un tipo de muestras que permite el empleo de diversas técnicas de caracterización: macroscópicas (VSM), a escala micrométrica (MOKE) y a escala nanométrica (VF- MFM).

Se han realizado diferentes experimentos en colaboración con otros grupos que han permitido el estudio de las propiedades magnéticas de láminas delgadas de FePt irradiadas de forma selectiva a través de máscaras con iones de alta energía.

Se han empleado dos tipos de iones, Br y Cl, siendo los resultados con iones Cl los que producen cambios más significativos en las propiedades de las muestras.

También se ha tratado de disminuir el tamaño de la máscara a escala nanométrica viendo como afecta al cambio en las propiedades magnéticas. Se ha visto como los efectos son muy diferentes en esta escala.

Nos hemos fijado en la irradiación con iones Cl, con energía 4 MeV a través de máscaras micrométricas y se ha analizado como influye la dosis en las propiedades magnéticas, en los campos coercitivos y en los procesos de inversión de la imanación, empleando para ello las técnicas arriba mencionadas. Se ha observado una tendencia exponencial en la coercitividad en función de la dosis para las zonas irradiadas y una disminución también en los valores del campo coercitivo a su vez en las zonas no irradiadas debido a la interacción con las zonas modificadas. Por ello, tras crear el patrón, se han formado ejes de fácil imanación en el plano, estudiándose como cambia el campo coercitivo en función de la dirección de aplicación del campo.

4.7- Referencias.

- [Asenjo 00] A. Asenjo, D. García, J. M. García, C. Prados, M. Vázquez, *Phys. Rev. B* **62**(2000) 6538
- [Cebollada 03] A. Cebollada, R.F.C. Farrow, M. F. Toney, "Magnetic Nanostructures" American Scientific Publishers, 2202. Cap. 3.
- [Chappert 98] C. Chappert, H. Bernas, J. Ferré, V. Kottler, J.-P. Jamet, Y. Chen, E. Cambril, T. Devolder, F. Rousseaux, V. Mathet, H. Launois *Science* **280** (1998) 1919
- [Devolder 01] T. Devolder, J. Ferré, C. Chappert, H. Bernas, J. P. Jamet, V. Mathet, *Phys. Rev. B* **64** (2001) 064415
- [EMS] Electron Microscopy Sciences; www.emsdiasum.com
- [Fassbender 04] J. Fassbender, D. Ravelosona, Y. Samson, *J. Phys D: Appl Phys* **37** (2004) R179-R196.
- [Fassbender 07] J. Fassbender, J. Mc Cord, *J.Magn.Mag. Mat.* **320** 3-4 (2007) 579-596.
- [Ferré 99] J. Ferré, C. Chappert, H. Bernas, J.P. Jamet, P. Meyer, O. Kaitasov, S. Lemerle, V. Mathet, F. Rousseaux, H. Launois, *J.Magn.Mag. Mat.* **198-199** (1999) 191-193
- [Hasegawa 06] T. Hasegawa, G. Q.Li, W. Pei, H. Saito, S. Ishio, K. Taguchi, K. Yamakawa, N. Honda, K. Ouchi, T. Aoyama, I. Sato, *J. Appl. Phys.* **99** (2006) 053505
- [Hasegawa 08]. T. Hasegawa, W. Pei, T. Wang, Y. Fu, T. Washiya, H. Saito, S. Ishio, *Acta Materiala* **56** (2008) 1564-1569
- [Hubert 98] A. Hubert, R. Schäfer "Magnetic Domains" Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1998
- [Hyndman 01] R. Hyndman, P. Warin, J. Gierak. *J. Appl. Phys.* **90**, (2001) 3843
- [Image]] <http://rsb.info.nih.gov/ij/>
- [Kavita 06] S. Kavita, V. Raghavendra Reddy, Ajay Gupta, D.K. Avasthi, *Nuclear instruments and methods in Phys Research B* **244** (2006) 19-22 y 206-208
- [Lai 03] Chih-Huang Lai, Cheng-Han Yang, C. C. Chiang, *Appl. Phys. Lett.* **83**, (2003) 4550
- [Menéndez 08] E. Menéndez, M. Oskar Liedke, J. Fassbender, T. Gemming, A. Weber, L. J. Heyderman, K. V. Rao, S. C. Deevi, S. Suriñach, M. D. Baró, J. Sort, J. Nogués, *Small*, **x** (2008) 1-6
- [Ravelosona 00] D. Ravelosona, C. Chappert, V. Mathet, *Appl. Phys. Lett.* **76** (2000) 236
- [Rettner 02] C. T. Rettner, S. Anders, J. E. E. Baglin, T. Thomson, B. D. Terris, *Appl. Phys. Lett.* **80** (2) (2002) 279
- [Sanz 09] Ruy Sanz, "Generación y estudio de nuevas nanoestructuras y materiales magnéticos mediante irradiación iónica" Tesis doctoral Universidad Autónoma de Madrid (2009)
- [Shin 05] S. W. Shin, S. G. Lee, J. Lee, C. N. Whang, J.-H. Lee, I.-H. Choi, T. G. Kim, J. H. Song, *Nanotechnology* **16** (2005) 1392-1395

[Skupinski 07] M. Skupinski, R. Sanz, J. Jensen, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* **257** (2007) 777-781

[SRIM] <http://www.srim.org>

[Stanesku 08] D. Stanescu, D. Ravelosona, V. Mathet, C. Chappert, Y. Samson, C. Beigné, N.

Vernier, J. Ferré, J. Gierak, E. Bouhris, E. E. Fullerton, *J. Appl. Phys.* **103**, (2008) 07B529

[Terris 99] B. D. Terris, L. Folks, D. Weller, J. E. E. Baglin, A. J. Kellock, H. Rothuizen, P. Vettiger, *Appl. Phys. Lett.* **75** (1999) 403

[Vlasov 01] Y.A. Vlasov, Xiang-Zheng Bo, J. C. Sturm, David J. Norris *Nature* **414**, 289-293

[Yang 04] Cheng-Han Yang, Chih-Huang Lai, C. C. Chiang, *IEEE Trans. on magnetics* **40** (4) (2004) 2519

5- NANOHILOS MAGNÉTICOS

5.1- Introducción

5.2- Fabricación de las muestras

- 5.2.1 Procesos de fabricación de las plantillas**
- 5.2.2 Crecimiento de arreglos de nanohilos magnéticos.**
- 5.2.3 Propiedades estructurales y magnéticas de los arreglos de nanohilos**

5.3- Nanohilos de 180 nm de diámetro

- 5.3.1 Reconstrucción del ciclo de histéresis mediante imágenes de MFM**
- 5.3.2 Modelo fenomenológico**
- 5.3.3 Imágenes de MFM con campo continuo**
- 5.3.4 Ciclos mediante los modos 3D**

5.4- Nanohilos de 35 nm de diámetro

- 5.4.1 Inversión de la imanación con campo en forma de pulsos.**
- 5.4.2 Inversión de la imanación con campo continuo**
- 5.4.3 Nanolitografía magnética.**

5.5- Conclusiones

5.6- Referencias

5.1- Introducción

En este capítulo se estudiará un ejemplo de *sistemas unidimensionales*. Los sistemas 1D pueden definirse como aquellos en los cuales el recorrido libre medio de los portadores de carga en dos dimensiones es mayor que el tamaño del elemento en una de sus direcciones; de este modo los efectos de transporte están confinados en una dimensión espacial. Esto es lo que sucede en el caso de nanotubos o nanohilos. Ambos tipos de nano-objetos pueden ser fabricados mediante diferentes técnicas y presentar distinto carácter (metálico, semiconductor, aislante, etc). Este trabajo se centrará en el estudio de arreglos de *nanohilos magnéticos*.

El interés en estudiar el magnetismo en este tipo de estructuras viene principalmente motivado por sus posibles aplicaciones tecnológicas, más concretamente en almacenamiento magnético de alta densidad donde cada nanoelemento constituya un único *bit* de información [Nielsch 01]. El incremento en la capacidad de los discos duros comerciales en la última década ha sido enorme pero todavía existen muchas líneas de investigación abiertas como se resume en [Thomson 00]. En particular los medios de grabación perpendiculares son una alternativa a los medios tradicionales que está aglutinando la atención en la comunidad científica [Terris 05], [Richter 06].

En este sentido se está trabajando en diferentes ámbitos. Por una parte, en lo referente a las técnicas de fabricación, como se ha mencionado en capítulos anteriores, se pueden distinguir dos estrategias: mecanismos de crecimiento asociados a la manipulación física de los materiales en volumen, las denominadas técnicas *top-down*, entre las que destacan los procesos litográficos o bien, técnicas conocidas como *bottom-up* que se basan en el ensamblaje y auto – organización de unidades estructurales elementales mediante determinados procesos químicos. En particular, el empleo de alúmina porosa como plantilla para el crecimiento de material magnético en su interior (nanohilos) se ha venido desarrollando desde 1981 [Kaneko 81] pero es con el trabajo de Masuda y Fukuda en el año 95 [Masuda 95] cuando empieza a despuntar esta técnica. Posteriormente, otros grupos apoyándose en el trabajo anterior de Masuda han contribuido a un mayor entendimiento de estos procesos, mejorándose las condiciones de fabricación. En esta tesis se van a emplear muestras crecidas por estos procedimientos en el laboratorio del ICMM puesto a punto durante la tesis doctoral de David Navas dirigida por los profesores Manuel Vázquez y Manuel Hernández.

El magnetismo de estos nanohilos está siendo objeto de mucha atención tanto desde un punto de vista fundamental como aplicado [Ferré 97], [Sellmyer 01], [Wang 08]. La comprensión de los procesos de imanación así como su control es algo esencial para lo que se requieren avances tanto en las técnicas de caracterización como en las simulaciones o cálculos micromagnéticos.

En este sentido, técnicas locales como el MFM que nos aportará información individual de cada nanohilo serán imprescindibles para el estudio de este tipo de muestras. A lo largo del presente capítulo, el MFM se combinará con técnicas de volumen como el VSM para una información complementaria de la muestra. En colaboración con los doctores D. Altbir y J. Escrig de la U. de Chile se han estudiado las interacciones dipolares mediante cálculos analíticos.

5.2- Fabricación y características de las muestras

Como ya se ha introducido, existen distintas técnicas para la obtención de materiales nanestructurados [Martín 03]. En general, podemos decir que las de tipo “arriba – abajo” (*top –down*), en especial las técnicas litográficas, han tenido un éxito innegable pero a su vez presentan algunas limitaciones importantes (tamaños, altos costes) que han dado lugar a la búsqueda de otras vías alternativas [Chik 04]. En relación al trabajo que se presenta en este capítulo, el método empleado para la obtención de los arreglos de nanohilos ha sido la síntesis sobre plantillas previamente estructuradas. Dichas plantillas serán películas porosas de alúmina anódica (PPAA). En este apartado se dará una breve visión general de los procesos. Todas las muestras que se presentarán en este capítulo han sido fabricadas por el Dr. David Navas, pudiéndose encontrar todos los detalles en su tesis doctoral [Navas 06].

5.2.1 Procesos de fabricación de las plantillas

La manera más empleada para obtener este tipo de plantillas es mediante un proceso de doble anodización, aunque existen otras variantes. El material de partida utilizado en todos los casos son discos comerciales de Al policristalinos de muy alta pureza (99.999%, Goodfellow). Se debe realizar una limpieza típica de desengrase en ultrasonidos y una limpieza en una solución formada por HF, HNO₃, HCl y H₂O en una relación 1:10:20:69. A continuación la lámina es sometida a un tratamiento térmico

a temperatura de 400°C en ambiente inerte de nitrógeno durante 3 horas con el fin de evitar la oxidación de la muestra. Posteriormente se realiza un electropulido con el objetivo de reducir lo más posible la rugosidad inicial de la superficie de la lámina de Al. Por último, para obtener la muestra ordenada, se emplean procesos de doble anodización [Masuda 95], como se muestra en la Figura 5.1, o técnicas de *nanoimprint* con herramienta.

La muestra de partida (Figura 5.1.a) se coloca en una celda electrolítica, de modo que el aluminio sea el ánodo (polo +) y un material inerte (platino) actúe de cátodo (polo -). La geometría final de la muestra dependerá, durante el proceso de primera anodización, del control de distintos factores tales como la temperatura (control del diámetro de los poros), el voltaje (control del espesor de la capa barrera y del parámetro de red de la celda hexagonal centrada) y el tiempo (espesor final de la película). En nuestro caso, la anodización se llevará a cabo a voltaje constante y con distintos tipos de electrolitos (ácido sulfúrico, oxálico y fosfórico). Durante este proceso el electrolito debe ser agitado de modo que la concentración de la disolución en la zona en contacto con el óxido sea lo más constante posible y permita así la continua llegada de iones de oxígeno. Si no se realiza, el electrolito en esta región se irá empobreciendo alcanzándose un momento en el que no se pueda producir más intercambios de iones. Dado que la película de alúmina crecida tras el primer proceso presenta poros no paralelos y con una distribución de diámetros muy grande (Figura 5.1.b) es necesaria su eliminación mediante un ataque químico selectivo de tal forma que afecte a la alúmina pero el sustrato de aluminio quede intacto. Dicho sustrato presenta un patrón ordenado con simetría hexagonal de tal forma que tenemos un patrón con Al estructurado (Figura 5.1.c). Este paso en sí mismo ya es interesante y, de hecho se emplea como plantilla para la obtención de nuevos materiales [Rosa 08]. Por último se realiza otra segunda anodización en las mismas condiciones que la primera. Cada “valle” del Al estructurado actuará como punto de nucleación para el crecimiento de un nuevo poro, de tal modo que se obtiene por la cara superior poros ordenados con geometría hexagonal centrada (cuyo grado de ordenación depende del Al estructurado) y por la cara inferior se conserva la estructura de colinas convexas formadas durante la primera anodización.

Se pueden realizar modificaciones de las películas porosas de alúmina anódica (PPAA) como variar el diámetro de los poros o separarlas del sustrato de Al para abrir los poros por ambas caras.

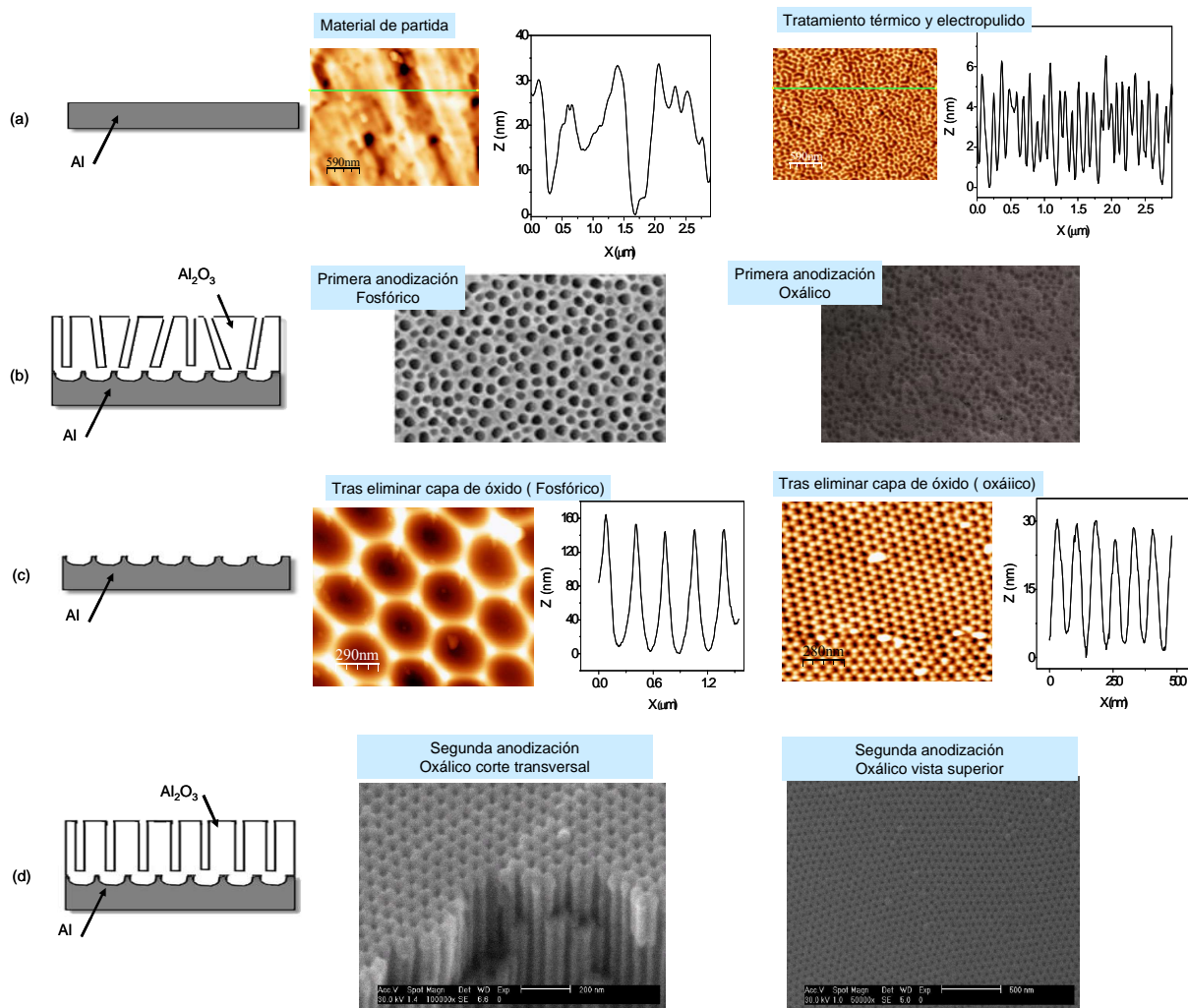


Figura 5.1 Esquema del proceso de fabricación de una PPAA: (a) Se parte del Al de partida como se aprecia en las imágenes de AFM con sus correspondientes perfiles, (b) se realiza una primera anodización donde se forman poros desordenados tal y como se ve en las imágenes SEM para el caso de ácido fosfórico y oxálico, (c) se elimina la capa de óxido quedando el sustrato de Al estructurado como se muestra en las imágenes y perfiles de AFM de las situaciones anteriores y (d) tras una segunda anodización se forma la película con simetría hexagonal. Aquí mostramos dos imágenes SEM, una de un corte transversal donde se ven los poros paralelos y otra vista superior donde se ven diferentes dominios estructurales.

Como ya hemos visto, tras la primera anodización se crea un patrón de valles en el Al con simetría hexagonal que es la semilla para la formación de poros ordenados. La idea del *nano-imprint* consiste en sustituir la primera anodización por otro método que genere en la lámina de Al un orden similar. Es decir, se trata de combinar dos procesos, el de auto-organización con la técnica de *nano-imprint*.

El punto de partida es el mismo que en el proceso anterior, sobre una lámina de Al electropulida se realiza una impresión mediante un molde. Este molde se puede preparar por técnicas de litografía [Choi 03] dando lugar a un ordenamiento perfecto o bien, con el objetivo de abaratar costes, empleando las propias PPAA como plantillas

[Navas 07]. La ventaja de este proceso es que se reduce considerablemente el tiempo de preparación de las muestras; además gracias al uso de moldes crecidos por litografía el orden que se obtiene es perfecto en toda la superficie, siendo posible elegir tanto el orden como la simetría de la red por este proceso. En la Figura 5.2.a se muestra la topografía de una herramienta de Si_3Ni_4 con simetría hexagonal y parámetro de red 500nm mientras que en la Figura 5.2.b se tiene el resultado de la impresión en la lámina de Al donde se ven claramente las huellas dejadas por la herramienta, que serán las precursoras para la segunda anodización.

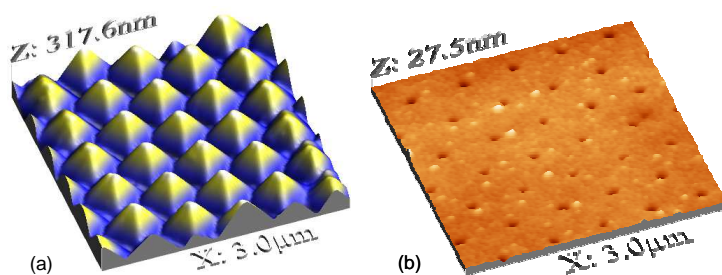


Figura 5.2 (a) Imagen deAFM de una herramienta de Si_3Ni_4 (b) Imagen de la superficie de una lámina de Al electropulida tras una nanoimpresión con el molde mostrado en (a)

Actualmente se está trabajando en una nueva línea que consiste en sustituir la herramienta por la propia punta del AFM.

5.2.2 Crecimiento de arreglos de nanohilos magnéticos.

Las membranas de alúmina porosa pueden ser empleadas en diferentes aplicaciones tales como cristales fotónicos [Mikulskas 01], máscaras [Sanz 06], o para inducir el crecimiento de nanohilos ordenados que será el caso que aquí nos ocupe [Metzger 00]. Se han crecido diferentes materiales magnéticos (Ni, Co, FeNi...) en forma de nanohilos en el interior de los poros del Al anodizado mediante la técnica de electrodeposición. Tras rellenar los poros, para el estudio por MFM es necesario, que la superficie sea lo más plana posible. Para ello, se suele realizar un ataque con un cañón de iones o bien un pulido con pasta de diamante.

El proceso se resume de forma general en la Figura 5.3. Partimos de la PPAA (Figura 5.3.a) y tras depositar los hilos magnéticos lo que puede suceder es o bien que rebosen o bien que no se llene el poro (Figura 5.3.b). Si se hace el proceso de tal forma que el material magnético rebose basta con realizar un pulido mecánico (Figura 5.3.c) para asegurar que todos los hilos sean de la misma longitud así como que la superficie sea la adecuada para su estudio por MFM. En el caso contrario, el proceso es un poco más

complicado, se igualan mediante un ataque con cañón de iones todos los hilos y se pega a la superficie una oblea de Si (Figura 5.3.d). Se elimina el sustrato de Al mediante un ataque químico, de nuevo con el cañón de iones se elimina tanto la alúmina como la región de los nanohilos donde se redujo la capa barrera (Figura 5.3.e) y así finalmente se obtiene el arreglo ordenado de nanohilos metálicos donde todos ellos tienen las mismas características geométricas (Figura 5.3.f).

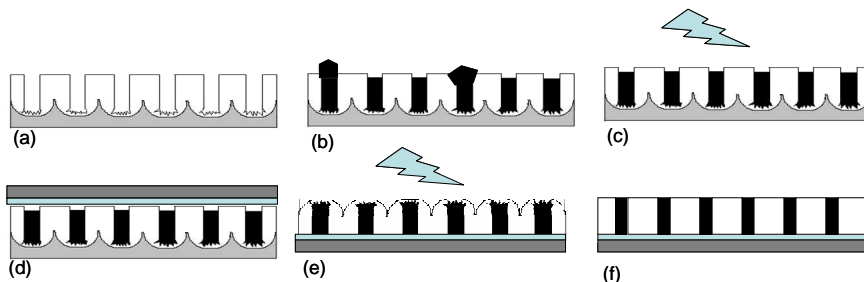


Figura 5.3 (a) PPAA de partida con la reducción de la capa barrera (formación de dendritas); (b) hilos depositados por electrodeposición de manera desigual. (c) se igualan los nanohilos por la parte superior (d) para igualar los hilos por la parte inferior se pega una oblea de Si y (e) se elimina el sustrato de Al, la alúmina y la región con dendritas mediante un ataque con cañón de iones para obtener finalmente los nanohilos magnéticos con las mismas características (f).

5.2.3 Propiedades estructurales y magnéticas de los arreglos de nanohilos

En este apartado se mostrarán, de manera general, las características de las muestras que se van a estudiar en el presente capítulo. Los detalles tanto de la caracterización estructural como de las variaciones en las propiedades magnéticas de estos conjuntos de hilos en función de alguna de sus características morfológicas (tales como el orden del arreglo, la longitud o los posibles defectos) se pueden encontrar en [Navas 06] y [Vázquez 04]. Además, como ya se ha mencionado, en el interior de los poros se pueden crecer diferentes tipos de materiales metálicos pero aquí sólo nos centraremos en el caso de nanohilos de Ni.

Las características estructurales de estas muestras se han estudiado mediante espectros de rayos X, que muestran que los nanohilos de Ni son policristalinos con estructura cúbica centrada en las caras. Las dimensiones geométricas medidas por SEM y AFM, así como el ácido empleado en el proceso de fabricación de las plantillas PPAA, se resumen en la Tabla 5-1.

Para la caracterización magnética se han empleado distintas técnicas tales como el magnetómetro de muestra vibrante, VSM, para la caracterización en volumen y el microscopio de fuerzas magnéticas, MFM para la caracterización local.

Muestra	Ácido empleado	Material nanohilos	Dimensiones			Hc (mT)	M_r/M_s
			ϕ (nm)	d (nm)	L (μm)		
Muestra # 1 #	Fosfórico	Ni	180	480	3.6	\parallel 48 \perp 21	\parallel 0.38 \perp 0.20
Muestra # 2 #	Oxálico	Ni	35	105	1	\parallel 79 \perp 20	\parallel 0.75 \perp 0.12

Tabla 5-1- Características generales de las muestras que se estudiarán en el presente capítulo donde ϕ es el diámetro de cada hilo, L su longitud y d la separación entre ellos. Los valores de campo coercitivo Hc e imanación de remanencia M_r/M_s provienen de medidas de VSM donde \parallel significará que el campo ha sido aplicado paralelo al eje de los hilos y \perp en la dirección perpendicular.

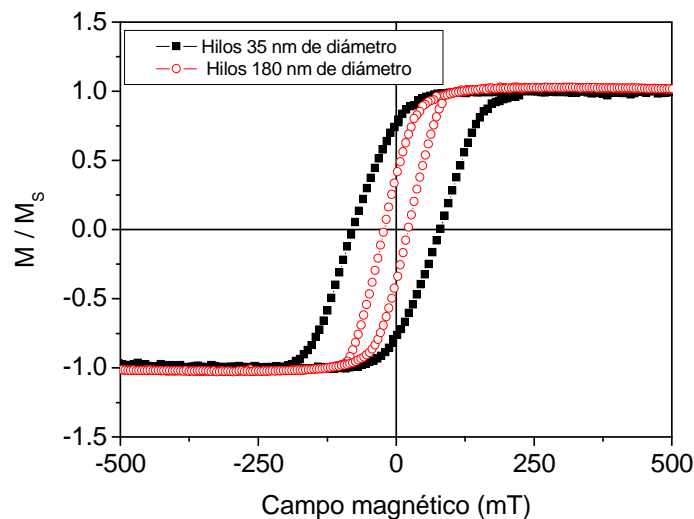


Figura 5.4 Ciclos de histéresis en el eje paralelo a los hilos correspondientes a la muestra # 1# (180 nm de diámetro y 480nm de separación) y # 2 # (35 nm de diámetro y 105 nm de separación).

En primer lugar, de las medidas de ciclos de histéresis tomadas con el VSM de los nanohilos embebidos en las PPAA se aprecia como en ambos casos el eje fácil es el paralelo a los hilos. Se ven diferencias en función del diámetro de los hilos (Figura 5.4) ya que los procesos de inversión de la imanación difieren en base a este hecho como describiremos a continuación [Meier 96].

Lo más relevante es que para los dos tipos de muestras la relación entre el diámetro y la longitud es $\phi/L \ll 1$. Este hecho será determinante para que el eje fácil de imanación de los hilos sea el paralelo a su eje longitudinal debido básicamente a la anisotropía de forma.

Como se describió en el *Capítulo 1*, las propiedades magnéticas de una muestra vienen determinadas por el balance energético entre las distintas contribuciones a la anisotropía. En el caso de nanohilos magnéticos se deben considerar, entre otras, la anisotropía magnetocristalina y la anisotropía de forma además de las interacciones magnetostáticas entre hilos adyacentes. La constante de anisotropía magnetocristalina del Ni, K_c , es $-0.5 \cdot 10^5 \text{ erg/cm}^3$, mientras que la constante de anisotropía de forma viene dada por la expresión: $K_F = \pi \cdot M_S^2$ donde, sustituyendo el valor de la imanación de saturación M_S de los ciclos de histéresis para cada muestra se obtiene un valor un orden de magnitud mayor que K_c (en torno a $7.5 \cdot 10^5 \text{ erg/cm}^3$) por lo que se puede despreciar la contribución de la anisotropía magnetocristalina y suponer que la anisotropía axial proviene principalmente de la anisotropía de forma de los hilos.

En este capítulo vamos a estudiar dos tipos de muestras; por un lado, los hilos con diámetros mayores (muestra # 1#, $\phi = 180 \text{ nm}$) van a presentar una estructura monodominio con dominios de cierre en sus extremos, como se aprecia en la Figura 5.5.b. En este tipo de hilos, con diámetros $\phi > 100 \text{ nm}$, la literatura [Aharoni 97] propone un mecanismo de desplazamiento de paredes, comenzando en los extremos, donde se encuentran dichos dominios de cierre.

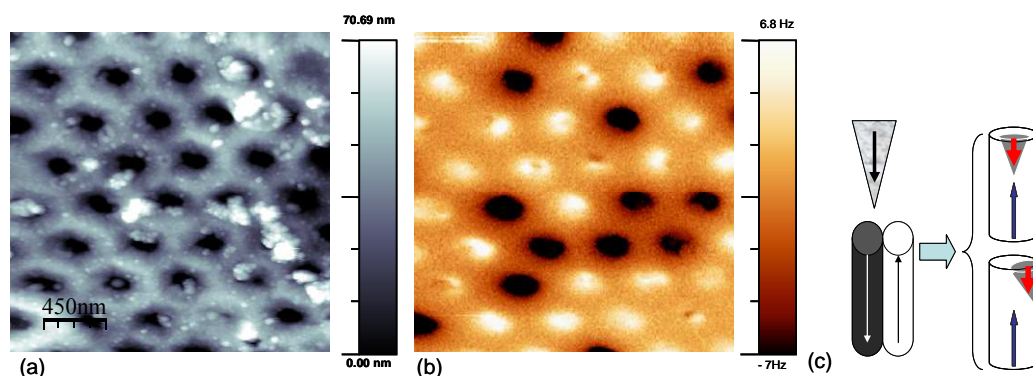


Figura 5.5 (a) Imagen de AFM y (b) de MFM de la muestra de nanohilos de Ni de 180 nm de diámetro embutidos en la PPAA. Fijarse en los pequeños contrastes oscuros que aparecen dentro de algunos dominios claros; se pueden interpretar como dominios de cierre (c) Interpretación de la señal MFM observada. Tamaño de las imágenes $2.25 \mu\text{m} \times 2.25 \mu\text{m}$.

En cuanto a los hilos de menor diámetro (# muestra 2 #, $\phi = 35 \text{ nm}$) van a presentar una estructura monodominio como se analiza en la Figura 5.6. La anisotropía efectiva para esta muestra será, de nuevo, resultado de un balance entre varias contribuciones. En el caso de hilos con diámetros comprendidos entre 35 y 100 nm, grupos como el de Piraux y Dubois [Ferré 97] proponen para estudiar este tipo de sistemas un modelo de cilindros infinitos con el que sugieren que la inversión de la imanación por desplazamiento de una pared se produce por un solo salto (*salto Barkhausen*). El hecho

de que, como se aprecia en la Figura 5.4, los ciclos de histéresis no sean completamente cuadrados es debido a interacciones dipolares entre hilos vecinos [Nielsch 01]. Obviamente, hay más factores a considerar y a día de hoy todavía es un campo abierto. Recientemente se ha publicado un trabajo [Tian 08] en el que factores en la morfología de los hilos inducen estructuras multidominio para hilos de Ni con diámetros menores a 20 nm, aunque este no es el caso que nos ocupa.

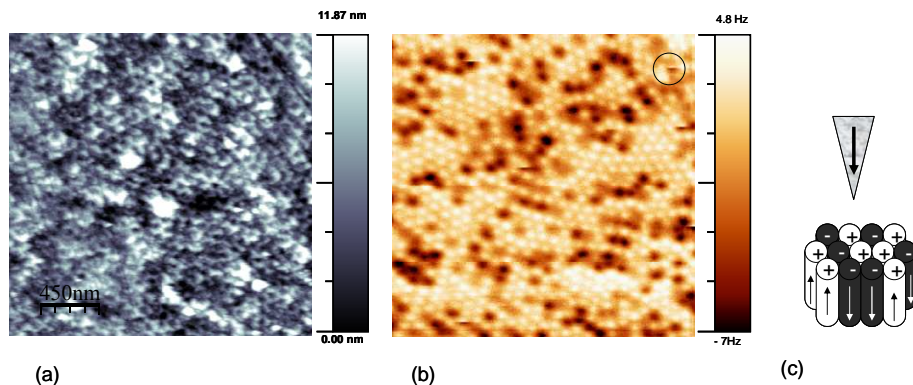


Figura 5.6 (a) Imagen de AFM y (b) de MFM de la muestra de nanohilos de Ni de 35 nm de diámetro. Con un círculo se muestra un hilo que está invirtiendo su imanación a consecuencia del campo que produce la punta (c) Interpretación de la señal MFM. Tamaño: (2.25 x 2.25) μm

En consecuencia este tipo de muestras presenta una serie de parámetros que hacen que su estudio sea interesante y, a la vez, complejo. Por ello, el MFM con campo aplicado se presenta como una valiosa herramienta para realizar estudios locales de los procesos de imanación en cada una de las muestras.

El microscopio de fuerzas va a permitirnos estudiar los nanohilos tanto en distintos estados de remanencia, es decir, en función de la historia magnética previa como con campo aplicado *in situ*. Vamos a ser capaces de reconstruir el ciclo de histéresis de forma local del conjunto de hilos así como de un hilo de forma individual. El tipo de contraste que obtendremos en este tipo de muestras es el presentado en las Figura 5.5 y Figura 5.6, contraste claro y oscuro según la imanación de los hilos sea antiparalela o paralela a la imanación de la punta.

5.3- Nanohilos de 180 nm de diámetro

En este apartado se van a analizar los procesos de imanación en nanohilos de Ni de 180 nm de diámetro. Dada la posibilidad de emplear este tipo de nanoestructuras magnéticas ordenadas en el campo de la grabación magnética, es interesante su estudio a nivel fundamental para controlar y minimizar, por ejemplo, los efectos de las interacciones entre los nanohilos. Este es un tema complejo, ya que la interacción

dipolar depende del estado magnético de cada elemento, que a su vez, es función de los campos debidos a elementos adyacentes. Por ello, además de las imágenes de MFM, en este apartado se va a describir un modelo fenomenológico que va a ayudar a interpretar los resultados experimentales obtenidos.

5.3.1 Reconstrucción del ciclo de histéresis mediante imágenes de MFM

El objetivo de esta sección será reconstruir a nivel local el ciclo de histéresis de la muestra a partir de imágenes de MFM y compararlo con el ciclo macroscópico medido por técnicas de volumen (VSM). Para ello, se van a realizar dos series de experimentos, variando el tipo de punta a emplear. Usaremos en un caso, una punta de alto momento que crea un campo de entre 70 - 30 mT como se evaluó en el *Capítulo 3*, es decir, mayor que el campo coercitivo de la muestra en conjunto y otra de bajo momento cuyo *stray field* está entre 20 - 5 mT, o lo que es lo mismo, es menor que el campo coercitivo del conjunto de hilos con el objetivo de comparar su influencia. Se empleará para ello el sistema de medida para aplicar *campos axiales en forma de pulsos* descrito en el *Capítulo 2*. En este caso, las imágenes estarán tomadas en remanencia tras aplicar un pulso de campo magnético durante menos de un segundo, con el fin de evitar calentamientos que provoquen deriva térmica. Se mantiene en todo caso constante la misma zona de medida para analizar el comportamiento de los hilos individuales.

En la Figura 5.7 se presenta la serie de imágenes medidas con una punta del tipo *Veeco Mesp LM* (*stray field* estimado < 20 mT) con el fin de minimizar la influencia del campo creado por la punta sobre los hilos. La segunda serie se ha realizado con una punta del tipo *Nanosensors PPP-MFMR* (*stray field* estimado >20 mT). En ambos casos se parte de saturar la muestra *ex situ* con un campo de 1 T en la dirección paralela a los hilos de tal modo que tengamos mayoría de hilos con contraste claro, siendo la remanencia de los ciclos de VSM, $M_r/M_s = 0.38$; las puntas también han sido previamente imanadas en su eje fácil. El campo aplicado *in situ* con el VFMFM será de tal manera que se sume al *stray field* de cada punta. De este modo, además, se asegura que la imanación de la punta no se va a invertir y que todos los cambios que aparezcan en las imágenes de MFM serán debidos únicamente a cambios en la imanación de los nanohilos.

En primer lugar analizaremos los resultados obtenidos con la punta de bajo momento. En la Figura 5.7.a se muestra la topografía correspondiente a la zona de la muestra que se va a estudiar. En el estado inicial (Figura 5.7.b) la imanación de remanencia estimada

a partir de los datos de MFM mediante la expresión descrita en el Capítulo 3*, que determina M_r/M_s en función del número de hilos que hay con imanación positiva y negativa (paralela o antiparalela a la imanación del dominio final de la punta), es de 0.38, valor equivalente al medido en el ciclo de VSM. Si se comienza a aplicar pulsos de campo con el objetivo de invertir la imanación de los hilos se puede apreciar como el número de hilos con contraste oscuro va aumentando paulatinamente (Figura 5.7.c-l). Para facilitar el seguimiento del proceso se han rodeado con un círculo tres hilos que no se modifican durante el experimento. Cabe destacar la estabilidad tanto térmica como mecánica del sistema ya que la duración de las medidas ha sido superior a tres horas.

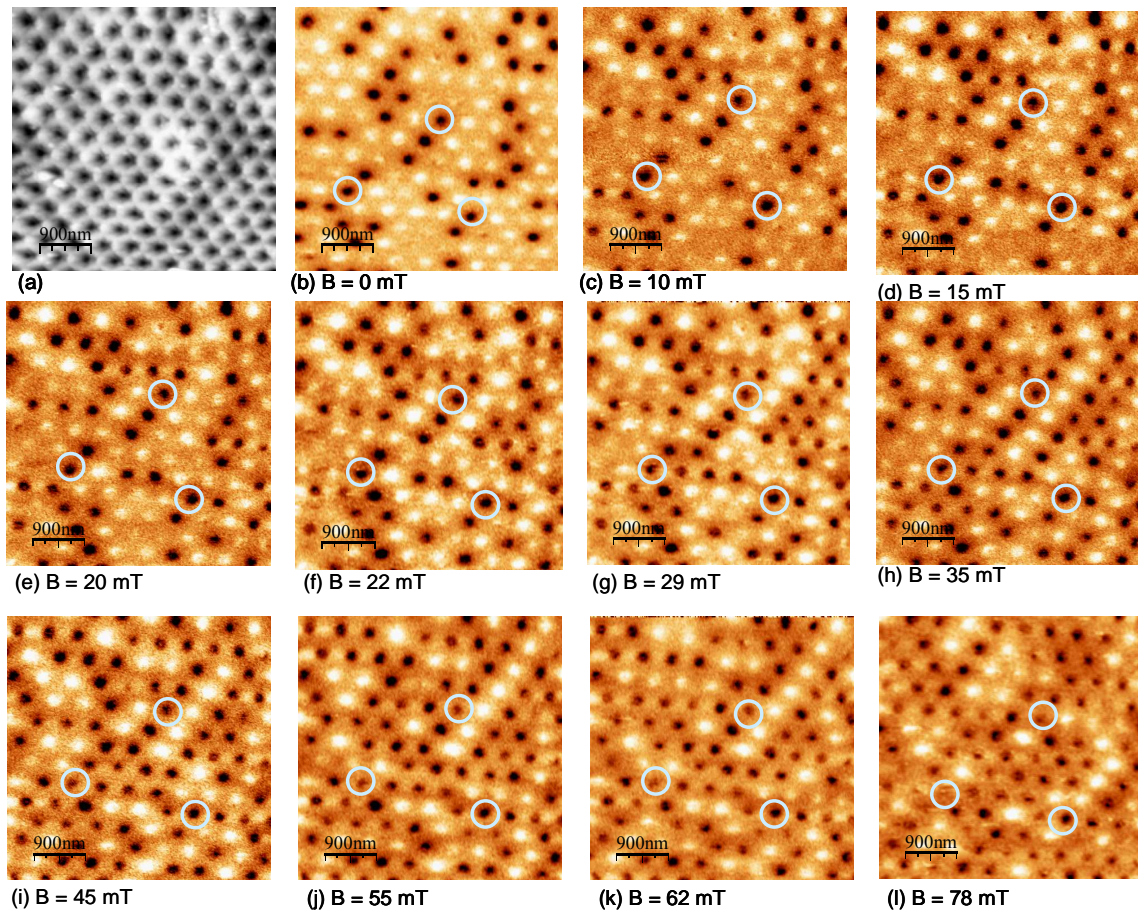


Figura 5.7 (a) Topografía y (b-l) diferentes imágenes de MFM del conjunto de hilos de Ni de 180 nm de diámetro tras aplicar distintos pulsos de campo magnético. Las medidas han sido realizadas con una punta de Veeco Mesp LM. Se han marcado algunos hilos para facilitar el seguimiento. Se parte de saturación *ex situ* de tal forma que tenemos mayoría de contraste claro y con el campo *in situ* se voltea la imanación de la mayoría de los hilos. Tamaño de las imágenes 4.5 μm x 4.5 μm .

* Expresión para calcular la imanación de remanencia mediante las imágenes MFM: $\frac{M_r}{M_s} = \frac{N_{\uparrow} - N_{\downarrow}}{N_{\uparrow} + N_{\downarrow}}$

Evaluando el número de hilos que han cambiado su estado tenemos que han modificado su imanación el 77 % de los hilos, de los cuales un 59 % han invertido su imanación en la dirección del campo aplicado (de contraste claro a contraste oscuro) mientras que un 18 % lo ha hecho en sentido contrario (de contraste oscuro a contraste claro). Un 23 % ha quedado sin modificar. El hecho de que un porcentaje de los hilos modificados haya evolucionado modificando su imanación en contra del campo aplicado es debido a cuestiones de minimización de la energía. Como se verá más adelante, existen una serie de configuraciones energéticamente favorables y, dado que se aplican pulsos de campo y se toman las imágenes en remanencia, se permite al sistema relajar a la configuración de mínima energía tras cada pulso. Representando el valor calculado de la imanación de remanencia a partir de las imágenes de MFM en función del campo aplicado estaríamos reconstruyendo el ciclo de histéresis de la muestra como podemos ver en la Figura 5.8. El mismo proceso se ha realizado con una punta de alto momento tipo Nanosensors.

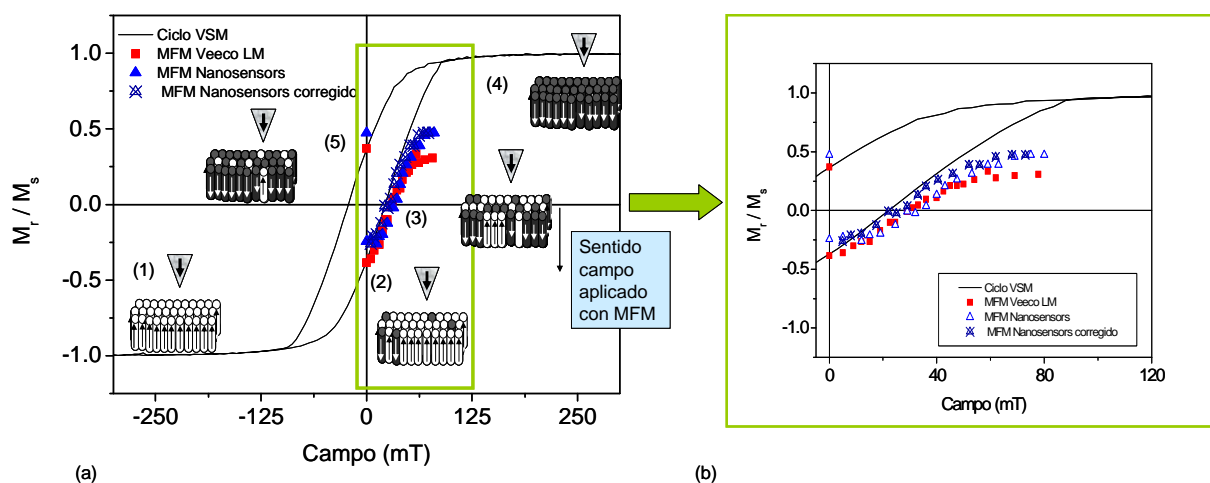


Figura 5.8- Ciclo de histéresis de los nanohilos de 180 nm de diámetro medido con VSM (línea continua) comparado con los valores de remanencia estimados a partir de las imágenes de MFM para dos tipos de punta (alto y bajo momento). Se esquematiza en varios puntos del ciclo la situación de los hilos respecto a los campos aplicados.

Hay que destacar las diferencias observadas en los valores de la imanación de remanencia como se resume en la Tabla 5-2. En el caso de la punta de bajo momento (Veeco Mesp LM) se tiene que antes de empezar a aplicar el campo el valor de M_r / M_s es equivalente al medido por VSM con lo que en este caso podemos considerar despreciable el campo que crea la punta sobre los hilos. No sucede lo mismo para el caso de la punta tipo Nanosensors. Al comenzar el barrido se aprecian saltos en la imanación de los hilos a favor del campo que crea la punta en ausencia campo

aplicado. Cuando se ha estabilizado este proceso, se considera el punto de partida, siendo la imanación de remanencia estimada por debajo del valor esperado; es decir, en este caso el punto de partida para la reconstrucción del ciclo no es realmente a campo cero sino que hay que considerar el campo que crea la punta y desplazar los valores estimados de las imágenes de MFM en este sentido; de esta manera el resultado es comparable al ciclo macroscópico como se ve en detalle en la ampliación de la Figura 5.8.b.

	Punta Veeco LM Mr/Ms	Punta Nanosensors PPP-MFMR Mr/Ms	VSM Mr/Ms
inicial	-0.38	-0.24	-0.38
final	0.37	0.48	0.38
H _c	26 mT	31 mT (22 mT con la corrección del campo de la punta)	21.5 mT

Tabla 5-2- Comparativa de los valores de la imanación de remanencia M_r y campos coercitivos H_c para el ciclo medido por VSM y la estimación a partir de las imágenes de MFM con campo para dos tipos de puntas.

Al finalizar la serie de medidas para el caso de la punta de bajo momento, se observa que el valor de la imanación de remanencia calculado por MFM sigue siendo comparable al medido en el ciclo. En cambio, en la serie de la punta de alto momento la remanencia es mayor a la medida en el VSM. Es decir, al finalizar esta serie se han modificado más hilos (contraste oscuro) de los esperados para esos valores de campo aplicado. Esto indica de nuevo como claramente la punta ha estado ejerciendo un campo extra que se ha sumado en todo momento al aplicado con el MFM. Por ese motivo, en los experimentos con campo aplicado *in situ*, es necesario en puntas de alto momento, corregir los valores con el campo que ejerce la punta sobre la muestra. Teniendo en cuenta este hecho existe una buena correlación entre las medidas, dando validez al método que proponemos. No obstante, es necesario resaltar que dado que se han aplicado pulsos de campo en el experimento, la equivalencia exacta de los resultados sería no con el ciclo completo sino con una serie adecuada de ciclos menores sucesivos.

En cuanto a los valores de campo coercitivo H_c que se obtienen de la reconstrucción del ciclo a partir de las imágenes de MFM (Tabla 5-2) se aprecia de nuevo la importancia de la influencia del campo de la punta, sobre todo en el experimento realizado con la punta Nanosensors. Como se puede comprobar, si no se tiene en cuenta la corrección

de campo la diferencia con el valor del ciclo de VSM es relevante mientras que en caso contrario tenemos una excelente concordancia en los resultados.

Es importante destacar de nuevo el hecho de que al estar aplicando pulsos de campo magnético, estamos midiendo la cantidad de hilos que hay en un sentido y en otro en remanencia. Este hecho conlleva a que se busquen configuraciones energéticamente estables con lo que hay hilos que voltean su imanación en sentido contrario al campo aplicado. En la Figura 5.9 se representa el porcentaje de hilos (normalizado al número de hilos que se visualizan en cada imagen de MFM) que invierten su imanación a favor del campo aplicado, es decir cambian su contraste de blanco a negro (B-N) o en contra (de N-B) para la punta de bajo momento, Veeco LM, comparándolo con la reconstrucción de la rama del ciclo de histéresis calculada a partir de las imágenes de MFM. Se aprecia como a partir de un cierto valor de campo H_0 , comienzan a producirse inversiones en la imanación de los hilos en contra del campo aplicado, buscando la configuración energética más estable al permitirse con este método relajar el sistema tras cada pulso de campo. Si repetimos el experimento para la punta de alto momento el proceso observado es semejante.

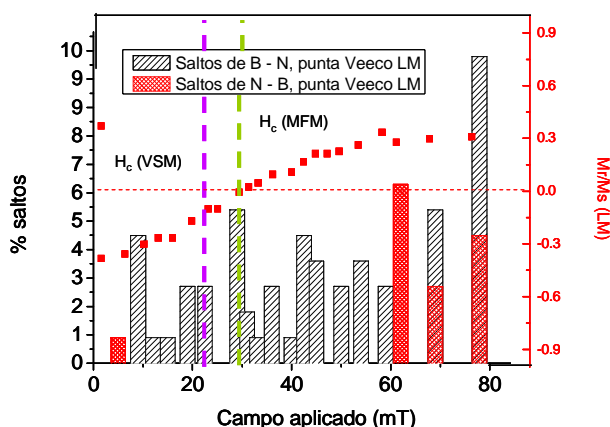


Figura 5.9 Porcentaje de hilos que cambian su imanación para cada valor de campo en sentido favorable a la dirección del campo aplicado (de B-N) o en contra (de N-B) para una punta Veeco LM; junto con la reconstrucción de la rama del ciclo estimada a partir de las imágenes de MFM. El porcentaje de saltos se ha calculado normalizando el número de hilos que invierten su imanación al total de hilos que medimos en cada imagen.

Como se ha podido comprobar, este tipo de muestras presentan una gran dispersión en los valores de campos coercitivos debido, entre otros factores, a imperfecciones, defectos, interacciones entre hilos adyacentes, etc. lo que dificulta su empleo como sistemas de almacenamiento magnético. Este tipo de problemas, por otra parte, es común a todos los sistemas candidatos para grabación magnética y, en la actualidad está siendo muy estudiado por numerosos grupos [Terr 05], [Hellwig 07], [Wang 08].

5.3.2 Modelo fenomenológico

Para explicar mejor este sistema de hilos de 180 nm de diámetro se ha contado con la colaboración de J. Escrig y D. Altbir del Universidad de Chile. En la referencia [Escrig 07] se detallan todos los cálculos analíticos y modelos fenomenológicos.

En la literatura se muestran diversas aproximaciones para entender mejor el comportamiento magnético de estos sistemas pero a pesar de los numerosos trabajos en el área aún es difícil encontrar cálculos detallados que expliquen todas las interacciones en este tipo de hilos magnéticos. El problema que se presenta habitualmente son las simplificaciones necesarias para realizar simulaciones Monte Carlo. Lo más generalizado es considerar cada partícula como un dipolo puntual. El efecto de las interacciones es, en general, complicado ya que el estado de imanación de cada elemento depende a su vez de los campos que crean los hilos adyacentes o primeros vecinos. En algunos trabajos [Velázquez 03] se ha considerado también los términos multipolares que no son despreciables para las distancias típicas en los experimentos.

En las imágenes de MFM anteriormente presentadas (Figura 5.7) aparecen en la configuración de la imanación de los hilos diferentes patrones de tipo laberinto. Para comprender el porqué de dichas configuraciones laberínticas es necesario analizar las interacciones presentes.

En el caso de una simetría cuadrada [Hwang 00] cada uno de los cuatro primeros vecinos de un elemento orienta su imanación antiparalelamente al mismo, dando lugar a una estructura magnética tipo tablero de ajedrez. Cuando tenemos una simetría hexagonal como en el caso de nuestras muestras aparecen dos estados casi degenerados como se ilustra en la Figura 5.10. La configuración (a) tiene sólo un 10% menos de energía (en el límite $T = 0$, ver detalles en [Escrig 07]) que la configuración (b) de tal modo que, al ser tan baja esta diferencia entre los dos estados cualquier perturbación inducida por la temperatura, el desorden en la red o la historia magnética previa hace que el conjunto de hilos presente cualquiera de las dos configuraciones de corto alcance, de tal modo que lo habitual es observar una mezcla entre los dos estados, dando lugar al patrón de tipo laberinto que se esquematiza en la Figura 5.10.c. Esta imagen muestra una gran concordancia con lo observado en las medidas de MFM (Figura 5.10.d).

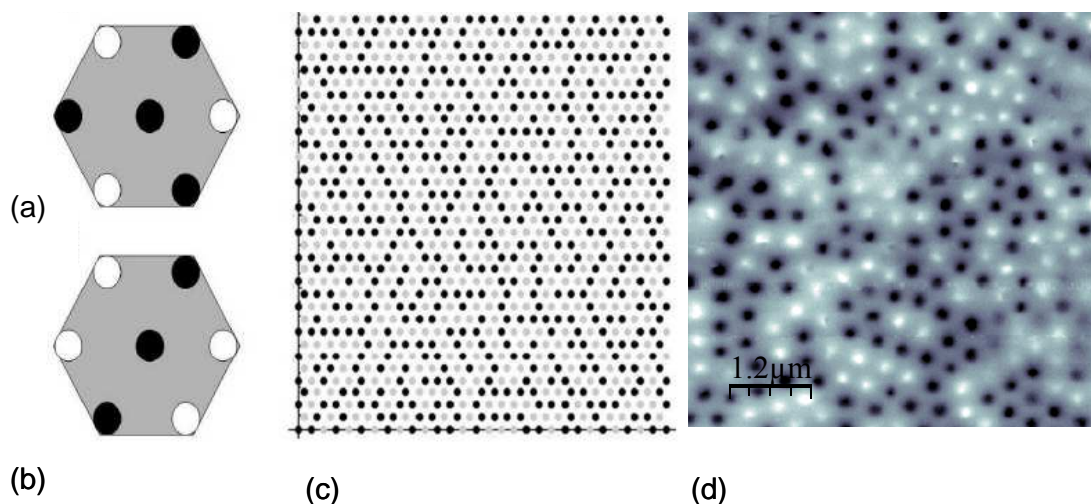


Figura 5.10- Configuración magnética de una celda hexagonal en (a) el estado de mínima energía y (b) primer estado excitado. Como en las imágenes experimentales de MFM, los puntos negros (blancos) representan un hilo con su imanación paralela (antiparalela) a la imanación de la punta. La diferencia en la energía de ambas configuraciones es de un 10 %. (c) Estructura magnética simulada en el estado desimanado de una muestra de $15\text{ }\mu\text{m} \times 15\text{ }\mu\text{m}$. (d) Imagen experimental de MFM de tamaño $6\text{ }\mu\text{m} \times 6\text{ }\mu\text{m}$.

5.3.3 Imágenes de MFM con campo continuo

Con el sistema para aplicar campo en la dirección axial de forma continua, ha sido posible adquirir imágenes de MFM del conjunto de nanohilos con 180 nm de diámetro con campo constante. Una diferencia respecto al caso expuesto en el apartado previo es que en esta ocasión los valores que se adquieran a partir de las imágenes son comparables con el ciclo real medido por VSM y no con ciclos menores como sucedía en el caso anterior.

La idea es, de nuevo, reconstruir el ciclo de histéresis a partir de las imágenes de MFM pero, a su vez, el hecho de poder medir con campo constante nos va a permitir introducir nuevos parámetros en el experimento.

Se ha realizado una serie de medidas con una punta de tipo Nanosensors recubierta por *sputtering* con 50 nm de Co. Se parte de saturar la muestra *ex situ* con un campo de 1T de tal forma que la mayoría de los hilos presenten un contraste claro. De nuevo tenemos una diferencia entre el valor de M_r/M_s medido en el VSM (0.38) con el experimental estimado de las imágenes de MFM (en este caso tenemos $M_r/M_s = 0.28$, que es un valor intermedio a los que se mostraban en la Tabla 5-2 para los otros tipos de puntas y acorde con el *stray field* estimado para este tipo de puntas, 30 mT provocado por el campo que crea la punta, factor que hay que tener en cuenta para corregir el valor real del campo que estamos aplicando.

Se han tomado diversas imágenes a distintos valores de campo constante, como se presentan en la Figura 5.11 (a-f) y se ha medido en cada una de ellas el número de hilos que tienen la imanación paralela o anti-paralela a la de la punta. Así mismo se pueden analizar las distribuciones de los contrastes observados en las imágenes de MFM, donde se observa como en la situación de partida se tiene un pico mayoritario para valores positivos que va disminuyendo a medida que aumenta el pico de contrastes negativos correspondiente a los hilos que van volteando su imanación a favor del campo aplicado.

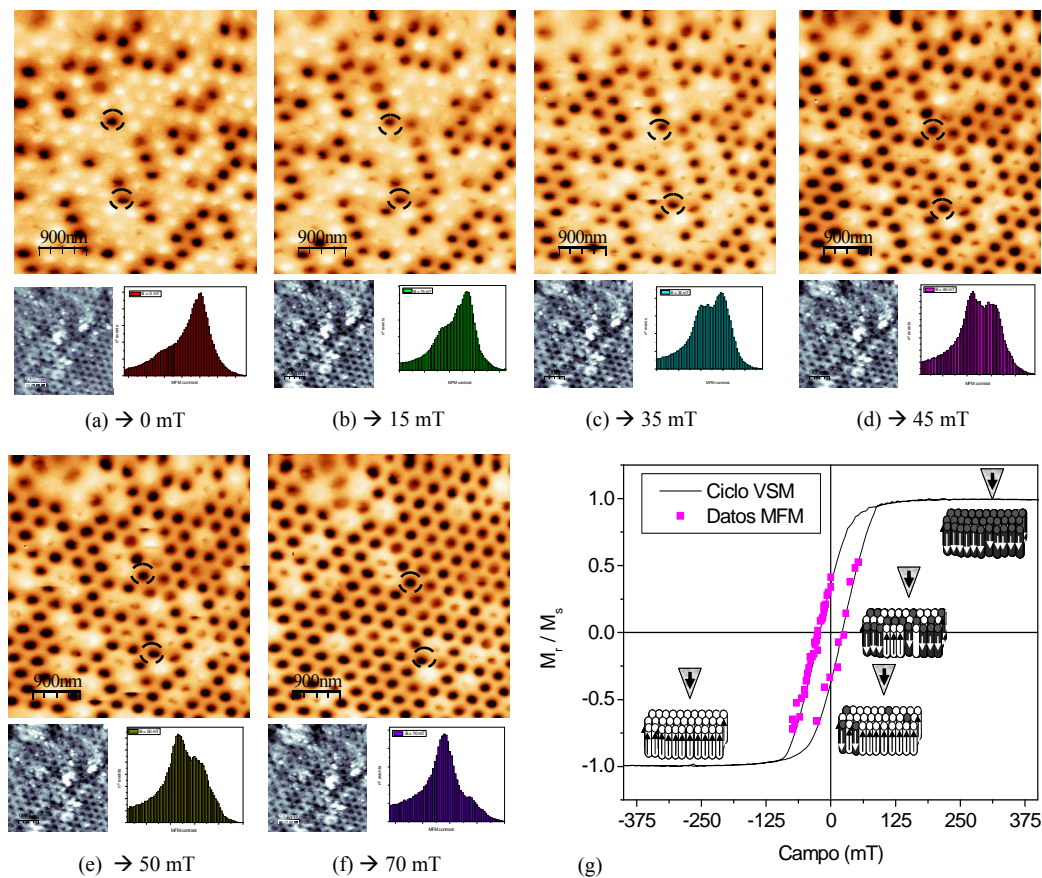


Figura 5.11 (a)- (f) Imágenes de MFM de la muestra # 1 # (nanohilos de 180 nm de diámetro) con distintos valores de campo aplicado junto con sus respectivas distribuciones de contrastes. Tamaño de las imágenes 4.5 μm x 4.5 μm (g) Comparativa del ciclo de histéresis medido por VSM y el reconstruido a partir de las imágenes.

A partir de las imágenes anteriores se puede reconstruir el ciclo de histéresis de la muestra contando el número de hilos que tienen la imanación paralela o antiparalela. En este experimento, todos los saltos se producen siempre a favor del campo aplicado, a diferencia del ejemplo anterior con campos aplicados en forma de pulsos. El motivo es que en esta ocasión no se permite relajar al sistema sino que siempre se le está imponiendo una dirección de fácil inversión que no favorece las modificaciones en

sentido contrario. Tras haber llegado al valor máximo de campo en un sentido (Figura 5.11.f) el porcentaje de hilos que han invertido su contraste a favor del campo ha sido de un 86 %. El ciclo obtenido se representa en la Figura 5.11.g tras haber corregido la influencia del campo de la punta en cada rama de manera independiente dado que en un caso se ha estado aplicando campo a favor del campo de la punta de forma que el campo efectivo se determina sumando ambas contribuciones o en el sentido contrario de manera que hay que restar del campo aplicado el campo que crea la punta.

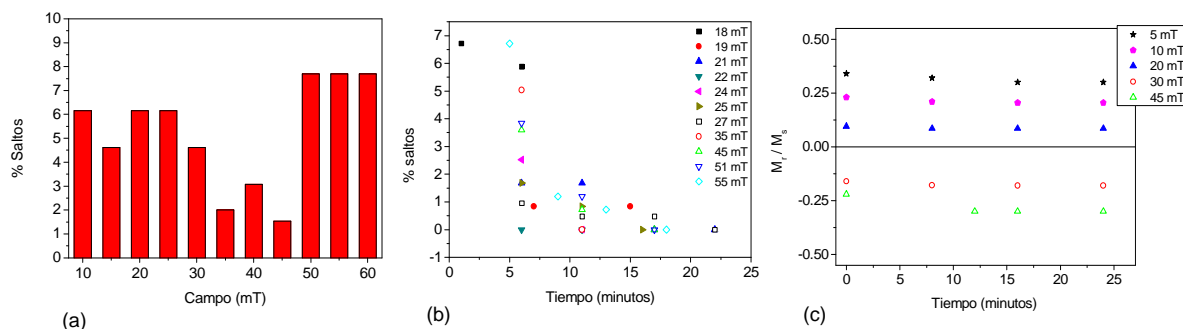


Figura 5.12 (a) Porcentaje de saltos a favor del campo en función del valor de campo aplicado. (b) Porcentaje de hilos con contraste claro que voltean su imanación en función del tiempo para diferentes valores de campo aplicado de forma constante. (c) Variación de la imanación de remanencia con el tiempo para distintos valores de campo

Al igual que se realizó con el campo aplicado en forma de pulsos, se ha estudiado el porcentaje de hilos (normalizado al número de hilos que se visualiza en cada imagen) que invierten su imanación para cada valor de campo. En este caso, a diferencia de lo que sucedía tras aplicar campo en forma de pulsos y medir en remanencia, la distribución sólo presenta saltos a favor de la dirección del campo aplicado, nunca en sentido contrario. Como se puede apreciar, de nuevo vuelve a haber una alta dispersión en los valores de campos coercitivos. (Figura 5.12.a).

También se ha estudiado la evolución con el tiempo del porcentaje de hilos que invierten su imanación a un campo dado normalizado al número total de hilos que se visualizan en cada imagen. Se ha mantenido el campo de forma constante durante varios minutos hasta alcanzar una situación estable (Figura 5.12.b). Todas las medidas para la reconstrucción del ciclo de histéresis se han determinado tras alcanzar dicho estado en cada caso. No obstante, como se muestra en la Figura 5.12.c, esta evolución, representada en términos del cambio en el valor M_r/M_s , no es tan acusada, ya que prácticamente el valor de remanencia permanece constante para cada valor de campo lo que demuestra la validez del método propuesto.

En resumen, se han observado diferencias entre el hecho de aplicar el campo en forma de pulsos y medir en remanencia o medir en presencia de un campo continuo. En primer lugar como ya se ha comentado, no se aprecian saltos de la imanación en sentido contrario a la aplicación del campo si tomamos imágenes con campo continuo. En segundo lugar, se han observado cambios en el contraste de los hilos con imanación antiparalela a la de la punta (contraste claro) a medida que se va aumentando el valor del campo continuo: se aprecian cada vez más dominios de cierre en este tipo de hilos, lo cual está de acuerdo con la teoría de inversión de imanación en este tipo de estructuras que, como ya se ha comentado, consiste en un *mecanismo de desplazamiento de paredes*, comenzando en los extremos, donde se encuentran dichos *dominios de cierre*. Según se aumenta el campo podemos visualizar en las imágenes de MFM como aparecen y cambian de posición dichos dominios hasta que, al alcanzar un valor de campo crítico, finalmente el hilo invierte totalmente su imanación. En la Figura 5.13 se reflejan algunos ejemplos; la formación de estos dominios de cierre y su desplazamiento hasta la inversión de la imanación es aleatoria debido al ya comentado efecto de distribución de campos coercitivos. No se han apreciado ninguna tendencia en la inversión de la imanación en los hilos que presentan estos dominios: no son los que presentan menores o mayores campos coercitivos en ninguna de las ramas del ciclo, sino que siguen el proceso de forma aleatoria como los demás.

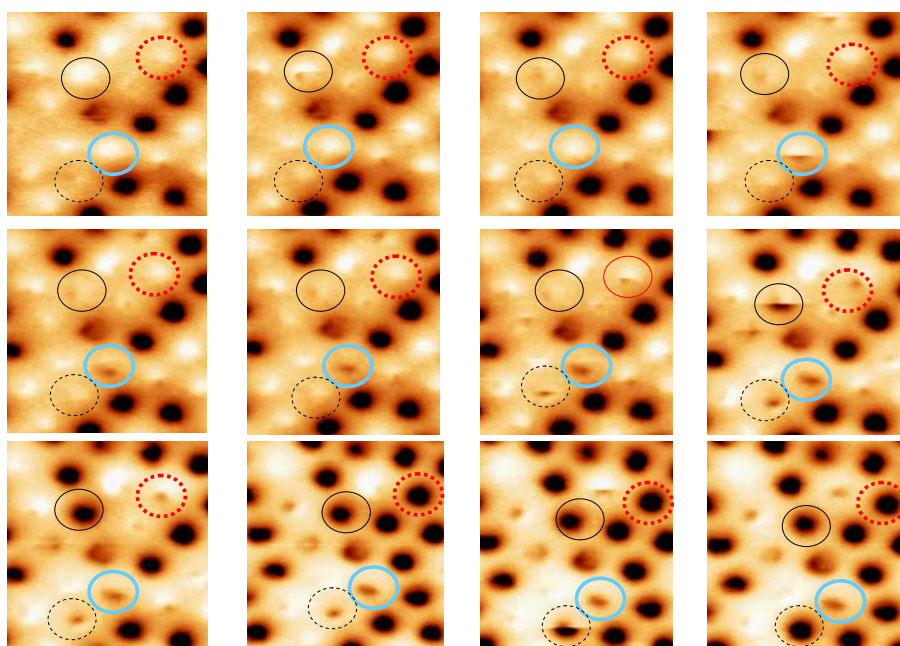


Figura 5.13- Imágenes de MFM de hilos de 180 nm de diámetro donde se aprecia la formación y desplazamiento de dominios de cierre a distintos valores de campo aplicado.

5.3.4 Ciclos mediante los modos 3D

Por último, en este tipo de muestras se está trabajando en medidas de ciclos de histéresis locales mediante los modos 3D para estudiar las coercitividades de nanohilos de forma individual [Endo 08]. El método es similar al que se describió en el *Capítulo 3* para la caracterización de las propias puntas de MFM. Se elige una línea de la muestra y en ella se varía el campo magnético aplicado. Se realizan dos imágenes una donde se varía el campo en sentido creciente y otra en sentido decreciente (± 60 mT), de tal manera que, trazando perfiles en la dirección vertical se reproduzca un ciclo de histéresis. Con este método se pretende evaluar la distribución de campos coercitivos de una manera rápida y sistemática. Se han observado diferentes comportamientos entre los hilos. Algunos invierten su imanación sólo en una de las ramas para los valores de campo que se pueden aplicar con el MFM, otros tienen un ciclo completo pero no siempre simétrico (el valor del campo coercitivo es diferente en una rama y otra) y algunos tienen un ciclo aproximadamente simétrico, como el caso que se muestra en la Figura 5.14.c El hecho de que se den estas diferencias es debido a las interacciones entre los hilos que favorecen determinadas configuraciones energéticas así como a la presencia de posibles defectos que favorezcan la inversión de la imanación.

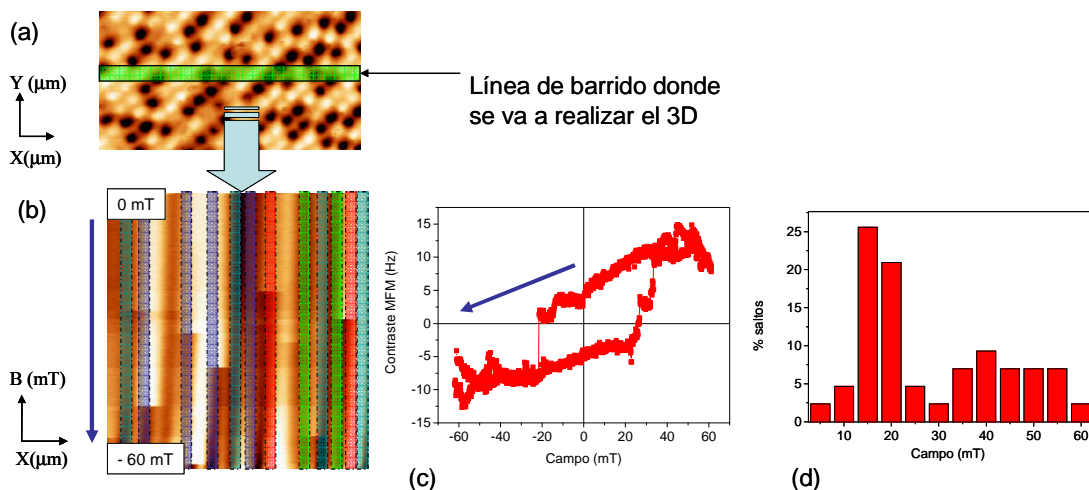


Figura 5.14 (a) línea escogida de la imagen de MFM donde se quiere realizar el modo 3D. (b) Ejemplo de modo 3D para una de las ramas del ciclo de histéresis. Tomando perfiles en la dirección vertical, tal y como se muestra en la imagen se obtienen las ramas del ciclo de cada nanohilo individual. (c) Ciclo de histéresis estimado mediante los modos 3D para un hilo (d) Distribución de los campos coercitivos de nanohilos individuales evaluado por los modos 3D.

Como conclusión a este apartado, diremos que gracias al MFM se puede determinar el ciclo de histéresis de un nanohilos de manera individual, produciéndose los saltos en la imanación de una forma bastante abrupta.

5.4- Nanohilos de 35 nm de diámetro

Pasamos a continuación a estudiar la muestra de nanohilos de 35 nm de diámetro. El objetivo de este apartado es el estudio de un sistema con hilos de menor tamaño y, en consecuencia, distintas propiedades a las presentadas anteriormente. Este tipo de hilos tienen un proceso de inversión de la imanación diferente que los hilos de 180 nm de diámetro. En colaboración con el grupo del profesor C. Ramos de Bariloche (Argentina) se han realizado estudios de Resonancia Ferromagnética [Vázquez 05] en combinación con imágenes de MFM. Gracias a este trabajo se ha profundizado en las interacciones dipolares entre los nanohilos. Este tipo de muestra también presenta en las imágenes de MFM una configuración en la imanación de los hilos de tipo laberinto que ya comentamos para la muestra # 1 # (hilos de 180 nm de diámetro). En teoría, en el estado desimanado, dos de los seis primeros vecinos deberían orientar su imanación paralela y cuatro antiparalela si se considerara únicamente interacción a primeros vecinos. En la práctica lo habitual es que estos valores se desvíen ligeramente como sucede por ejemplo en [Nielsch 01] donde el valor en promedio es de 2.5 hilos con imanación paralela y 3.5 con imanación antiparalela. Este hecho es debido al alto *aspect ratio* de los hilos que inducen que la interacción se extienda más allá de primeros vecinos. En nuestro caso, la relación en promedio es semejante a los valores de la literatura.

5.4.1 Inversión de la imanación con campo en forma de pulsos.

De forma semejante a los experimentos presentados en los hilos de 180 nm de diámetro, se han estudiado mediante MFM en función de la historia magnética previa, hilos de 35 nm de diámetro, en distintos estados de remanencia tras aplicar pulsos de campo magnético, o con campo aplicado de forma continua. De esta forma se ha podido reconstruir el ciclo de histéresis de la muestra a partir de los datos obtenidos de las imágenes de MFM y compararlo con los ciclos de volumen medidos por VSM. Lo

más destacable de este sistema es la influencia del campo de la punta en los experimentos con campo aplicado *in situ*.

Dado que el diámetro de estos hilos está próximo al límite de la resolución de las puntas se ha empleado en este caso un método alternativo para evaluar la imanación de remanencia, M_r/M_s en función a las distribuciones de contrastes en las imágenes de MFM. El motivo es que en ocasiones puede ser difícil en este tipo de muestras evaluar el número de hilos con imanación paralela o antiparalela si el dominio final de la punta es mayor que la distancia entre hilos o si el número de éstos en una imagen es muy elevado. Se han ajustado los histogramas correspondientes a los contrastes positivos y negativos de las imágenes de MFM a distribuciones *Gaussianas* o *Lorentzianas* y se ha determinado la imanación de remanencia utilizando las alturas o las áreas de dichas distribuciones. En función del radio de la punta, el método que empíricamente más se aproxima al valor real es el ajuste a dos *Gaussianas* y la mejor estimación para el valor de M_r/M_s se obtiene a partir de las alturas de ambas distribuciones. Para más detalles ver [Asenjo 06].

En la Figura 5.15.a se muestra la topografía y sus correspondientes imágenes de MFM (b-f) del conjunto de nanohilos de Ni de 35 nm de diámetro en remanencia tras aplicar distintos valores de pulsos de campo magnético. La serie se ha tomado con una punta de alto momento magnético (*stray field* entre 30-50 mT). Las gráficas (g-j) corresponden a algunos histogramas para distintos valores de campo donde se aprecia claramente la evolución de los dos picos correspondientes a los hilos con contraste claro y oscuro y sus correspondientes ajustes a dos distribuciones gaussianas.

De nuevo para cada pulso de campo se ha estimado el valor de la remanencia M_r / M_s en esta ocasión mediante los dos métodos, contando el número de hilos con la imanación en cada sentido o con el ajuste a las dos distribuciones *gaussianas*, con excelente correlación entre ambos, y se ha comparado con los resultados obtenidos tras realizar ciclos menores con un magnetómetro. Como se puede apreciar en la Figura 5.16 los valores obtenidos a partir de las imágenes de MFM y los del ciclo en volumen difieren bastante y no es suficiente con corregir el valor de campo efectivo sumando el campo que ejerce la punta de forma constante como sucedía con los hilos de 180 nm de diámetro. La clave está en que al aplicar el campo *in situ* la influencia del campo de la punta también se va haciendo mucho más acusada por la concentración de líneas de campo. Esto se comprueba si se vuelve a medir la misma región sobre la que se ha estado aplicando campo 20 horas más tarde. Como podemos ver en la Figura 5.16, el

sistema ha relajado y el valor se va aproximando más al obtenido por el magnetómetro; además, si nos movemos decenas de micras y visualizamos una zona sobre la cual se ha aplicado campo *in situ* pero sin presencia de la punta, en este caso, el valor de la remanencia calculado a partir de las imágenes de MFM coincide plenamente con el resultado en volumen.

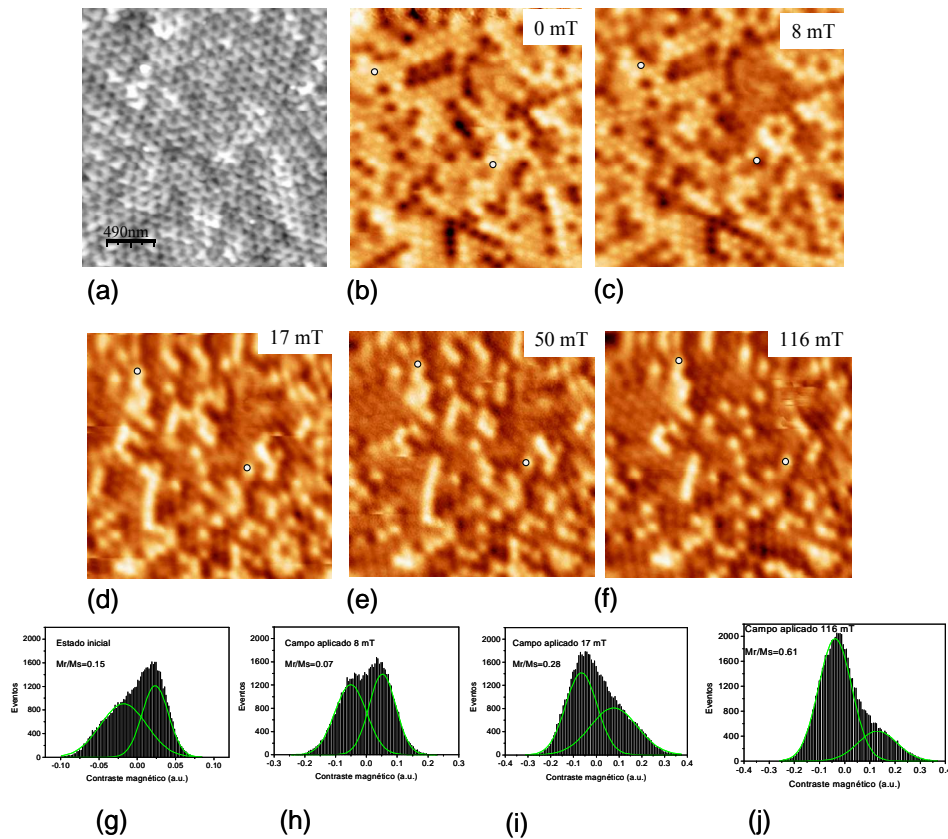


Figura 5.15 (a) Topografía y (b-f) imágenes de MFM tras aplicar diferentes pulsos de campo en la misma zona de la muestra. Se han marcado dos hilos para facilitar el seguimiento. (g)-(j) Distribuciones de los contrastes de las imágenes anteriores. Tamaño de las imágenes $2.5 \mu\text{m} \times 2.5 \mu\text{m}$

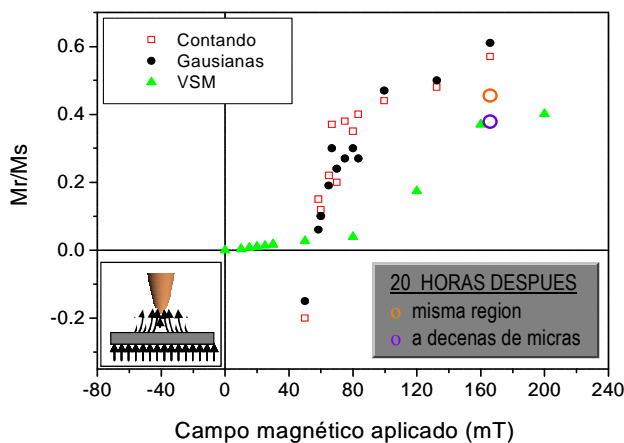


Figura 5.16 Comparativa de la imanación remanente determinada a partir de las imágenes de MFM con los ciclos menores realizados por VSM.

Por lo tanto vemos que en este tipo de hilos de diámetro menor, la concentración de las líneas de campo aplicado externamente por el efecto de la punta es muy acusado debido al mecanismo de inversión que tienen estos hilos a diferencia de los de diámetro mayor (*curling* frente a desplazamiento de paredes).

Este hecho se hace más importante aún cuando aplicamos campo de forma continua como veremos en el siguiente apartado.

5.4.2 Inversión de la imanación con campo continuo

En este caso vamos a trabajar con una punta de muy bajo momento (de fabricación propia por *sputtering*, recubierta con 25 nm de Co) con el fin de minimizar los efectos del campo que emana de la punta. Vamos a partir de saturar la muestra *ex situ* con un 1T de manera que tengamos mayoría de hilos con contraste claro y modificaremos *in situ* la distribución de momentos con el campo aplicado de forma continua en el VF-MFM. Al ser capaces de mantener el campo de forma constante podemos realizar ciclos de histéresis estándar y estudiar también la evolución con el tiempo para cada valor de campo. Con ello podemos ver como varía la remanencia para un valor de campo constante por el simple hecho de estar barriendo sobre esa zona durante un cierto tiempo. Esto demuestra que hay una distribución de campos coercitivos en los hilos lo cual es una de los inconvenientes que presentan este tipo de sistemas para su aplicación en grabación magnética [Thomson 06] o [Hellwig 07]; este hecho es debido, en nuestro caso, a la interacción entre los hilos, los posibles efectos estructurales y a la influencia del campo de la punta. Por ejemplo, para un campo relativamente bajo (26 mT) en relación con el campo coercitivo de la muestra (80 mT) se ha realizado una serie de imágenes durante 25 minutos aproximadamente como se presentan en la Figura 5.17 (a-e). Para facilitar el seguimiento se han situado unas marcas en algunos hilos. Se han rodeado con línea continua aquellos hilos que invierten su imanación durante la adquisición de la imagen y con línea discontinua los que cambian de una imagen a otra. Se ha repetido el experimento para distintos valores de campo magnético de tal forma que podemos ver la evolución del porcentaje de hilos (normalizado al número de hilos visualizado en la imagen) que invierten su imanación con el tiempo para cada valor de campo (Figura 5.17.h); también somos capaces de ver la distribución de campos coercitivos de los hilos que visualizamos en las imágenes (Figura 5.17.g) y con todo ello la reconstrucción del ciclo de histéresis a partir de las imágenes en

comparación con el ciclo macroscópico adquirido por las técnicas habituales (VSM) (Figura 5.17.f).

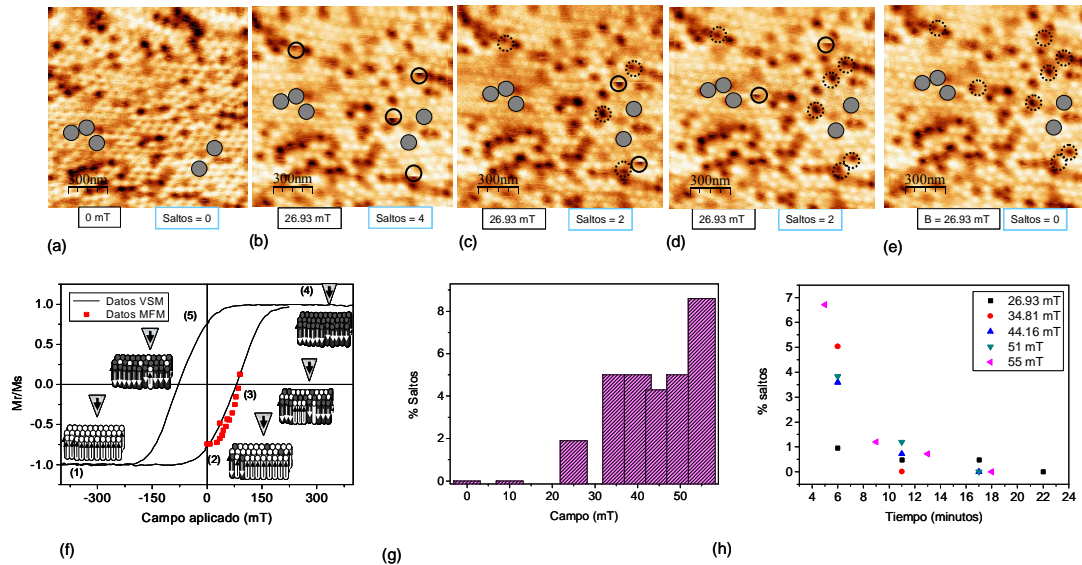


Figura 5.17 (a) - (e) Imágenes de MFM con campo aplicado de forma constante para visualizar los cambios en algunos hilos en función del tiempo. Se han señalado algunos nanohilos para facilitar el seguimiento. Tamaño de las imágenes $1.5 \mu\text{m} \times 1.5 \mu\text{m}$ (f) Comparativa del ciclo de histéresis medido con VSM con el reconstruido a partir de las imágenes de MFM. (g) Evolución del porcentaje de hilos que invierten su imanación en función de los valores de campo. (h) Evolución del porcentaje de hilos que invierten su imanación en función del tiempo para distintos valores de campo.

Cabe destacar la diferencia en las distribuciones del porcentaje de saltos entre los hilos de 180 nm de diámetro, donde a campos bajos ya se producían muchas inversiones, dando lugar a un histograma sin una tendencia clara (Figura 5.12.a), con estos hilos de menor diámetro donde a bajo campo apenas hay modificaciones, creciendo el porcentaje a medida que se aumenta el valor de campo aplicado. Este efecto es una consecuencia más de la diferencia entre los procesos de inversión de la imanación entre los dos sistemas.

5.4.3 Nanolitografía magnética.

Como ya hemos mencionado, en este tipo de hilos la concentración de las líneas del campo externo aplicado *in situ* bajo la presencia de la punta magnética durante el barrido para la adquisición de la imagen, es muy acusado. Esto se aprecia claramente en la visualización de lo que se pueden denominar “*marcas de barrido*” que consiste en ampliar el área que se ha estado modificando con o sin campo y ver qué le ha sucedido a los hilos que no han sentido la influencia de la punta.

La serie de imágenes que se presentan en la Figura 5.18 resume estos conceptos. En primer lugar, tras saturar toda la muestra con un campo externo de 1 T de tal forma que tengamos mayoría de hilos con contraste claro; con el MFM se barre durante cierto tiempo un área de $3\ \mu\text{m} \times 3\ \mu\text{m}$ aplicando campo *in situ* en sentido contrario, para voltear la imanación de los hilos y tener la mayoría de ellos con contraste oscuro (Figura 5.18.a). Si a continuación se retira el campo magnético creado por la bobina y se amplía la zona de barrido (tamaño de la imagen $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$) observamos como ha quedado marcada la zona donde se ha estado aplicando campo en presencia de la punta (Figura 5.18.b). En este caso particular se ha trabajado con una punta de muy bajo momento de tal forma que no se produce apenas modificación en la imanación de los hilos por la presencia únicamente del campo de la punta sino que los efectos que se aprecian son una combinación del campo aplicado *in situ*, sumado a la concentración de líneas de campo por la presencia de la punta magnética. Este hecho, como ya hemos recalcado, no sucede con la muestra # 1 # de hilos de mayor diámetro.

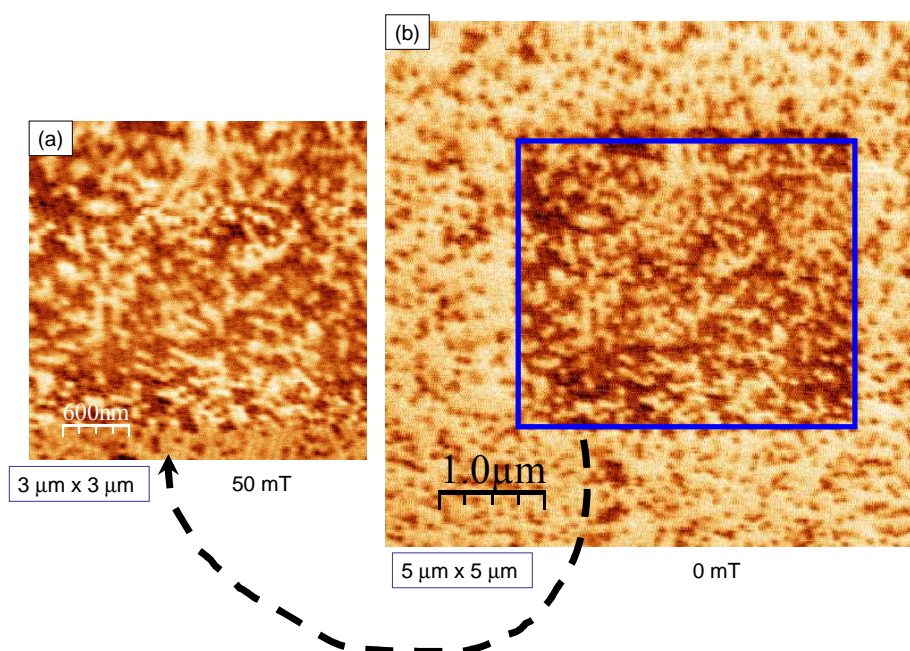


Figura 5.18 Imágenes de MFM para visualizar las “*marcas de barrido*” en presencia de un campo aplicado *in situ*. (a) Imagen de $3\ \mu\text{m} \times 3\ \mu\text{m}$, campo aplicado 50 mT tras estabilizar el sistema; (b) imagen de $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$, campo aplicado 0 mT donde se observa claramente las modificaciones inducidas por la combinación del campo aplicado y la presencia de la punta que concentra las líneas de campo favoreciendo la inversión de los hilos que se encuentran justo bajo su influencia.

Este efecto de invertir únicamente los hilos por donde la punta ha escaneado en presencia de campo magnético puede ser empleado para modificar zonas selectivas de la muestra a modo de escritura magnética como veremos a continuación.

El concepto de emplear la punta del SPM como “lápiz” se emplea asiduamente en los procesos de litografía típicos de oxidación local (ver por ejemplo los trabajos del grupo de R. García en el resumen [García 05]). Estos procesos están basados en el confinamiento espacial de una reacción química dentro de una región nanométrica de la superficie aprovechando todo el potencial del SPM.

En el campo del magnetismo se han hecho diferentes intentos de escritura con la punta del MFM pero en la mayor parte de los casos la resolución obtenida es pobre [Kong 97] o poco reproducible dado que se realiza tocando la superficie de la muestra con la punta [Wadas 97]. Los mejores resultados se han obtenido en el grupo de J.C. Lodder que han desarrollado un sistema de lectura - escritura con MFM asistido por calentamiento (ver por ejemplo [Craus 05] o [Onoue 05]). El mayor hándicap de esta técnica es el tamaño del *bit* obtenido que suele estar entre 140 y 80 nm en los mejores casos.

En nuestro caso vamos a emplear esta muestra de nanohilos de Ni embebidos en la membrana de alúmina porosa con separación 105 nm y diámetros en torno a 35 nm. Combinando la presencia de la punta a la vez que aplicamos un campo *in situ* alcanzamos el mínimo campo necesario para invertir la imanación de los hilos que están justo bajo la punta pero no el resto de la muestra.

Como ya hemos dicho, para lograr este efecto necesitamos seleccionar la punta de manera que no modifique de partida un número importante de hilos pero que a su vez el campo que cree sumado al campo aplicado nos permita modificar tantos hilos como queramos. Por ello, hemos empleado para estas medidas una punta Nanosensors tipo PPP, que son las de menor radio y que por lo tanto tiene una mejor resolución y, a su vez, facilitan una mayor concentración de líneas de campo. El recubrimiento magnético por *sputtering* se ha diseñado a la carta y consiste en una capa de 25 nm Co con 2 nm de Cr.

Para el proceso de escritura, se ha empleado el software WSxM [Horcas 07] en particular, la sección específica de litografía. En ella, se ha escrito un programa que nos permite aplicar campo magnético de forma controlada en tiempo e intensidad únicamente en las zonas seleccionadas. Previamente, la punta se ha saturado externamente a lo largo de su eje fácil, con una polaridad dada, que será la misma que se aplicará con la bobina de manera que el campo magnético total será la suma de la contribución del campo de la punta y el aplicado *in situ*. En la Figura 5.19 se muestra el proceso. Las imágenes (a) y (d) son las correspondientes a la topografía de la muestra

antes y después del proceso de nanolitografía. No se aprecia ningún cambio en las mismas. La Figura 5.19.b se corresponde a la señal de MFM sin campo aplicado de la zona seleccionada para la escritura. Se ha tratado que haya mayoría de hilos con contraste claro para distinguir mejor las modificaciones. Como se puede apreciar la punta sin campo aplicado no produce cambios irreversibles en la imanación de los hilos. En la Figura 5.19.c se esquematiza la idea. Se traza en el programa de litografía el motivo que se quiere modificar y por ese trazo será donde pase únicamente la punta y a su vez, será donde el campo se aplique de forma continua. Por último, se retira el campo aplicado y en la imagen se aprecian las modificaciones selectivas realizadas con la nanolitografía magnética. En la Figura 5.19.e se puede ver el resultado donde se ha escrito las letras “MFM” (en detalle, Figura 5.19.f).

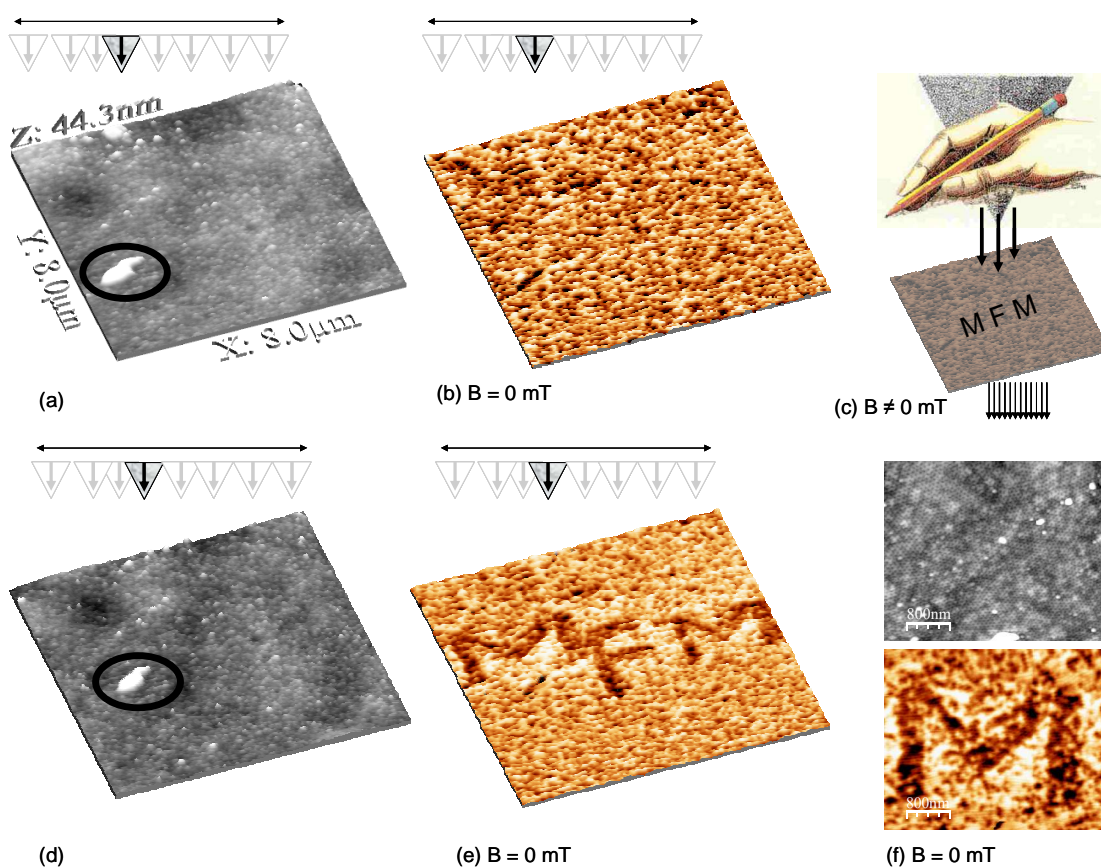


Figura 5.19 (a) Topografía y (b) señal de MFM de la zona que se va a modificar. En la situación inicial se ha barrido la superficie a campo cero, no produciéndose modificaciones por el efecto del campo que ejerce la punta. (c) Esquema del proceso de escritura en el cual se diseña el camino que debe seguir la punta con campo aplicado sólo en esas zonas. (d) Topografía y (e) señal de MFM de la zona modificada. Como se puede apreciar no se han producido cambios en la superficie mientras que en la imagen magnética se aprecian las letras “MFM”. Medidas en remanencia. (f) Ampliación de las imágenes anteriores.

Con este proceso se pueden modificar por tanto la imanación de los nanohilos de forma selectiva, de manera que tendríamos una alternativa para emplear esta técnica como almacenamiento magnético (contraste claro, podría equivaler a un “1” y el contraste oscuro a un “0”). Hemos demostrado que se puede escribir a voluntad sin causar ninguna alteración en la superficie de la muestra y la única limitación es la interacción entre los propios hilos. Se ha comprobado también la estabilidad de los motivos creados. No se han observado saltos en los hilos tras retirar el campo magnético ni tras dejar de barrer con la punta, visualizando el motivo creado trascurridos más de 240 minutos desde que se marcó.

5.5- Conclusiones

Se han estudiado diferentes arreglos de nanohilos magnéticos crecidos en membranas de alúmina porosa. Hemos visto como influyen las propiedades de los propios hilos en sus propiedades magnéticas tanto por técnicas de volumen como el VSM como técnicas locales como el MFM.

Se han analizado dos tipos de hilos con diámetros diferentes que implican distintos procesos de inversión de la imanación. Esto se ha evaluado mediante VF- MFM, comparando y optimizando la influencia del campo que crean las puntas. Se han propuesto métodos alternativos para reconstruir el ciclo de histéresis a nivel local y hemos analizado los procesos de inversión de los dos tipos de hilos a tiempo real con campo aplicado *in situ* en distintos estados de remanencia o con campo continuo aplicado de forma constante.

En los hilos de mayor diámetro se ha observado procesos de formación y desplazamiento de dominios de cierre. En los hilos de menor diámetro, debido a la diferencia de procesos de inversión de la imanación, la presencia de la punta con campo aplicado es muy distinta al caso de los hilos de mayor diámetro. Se ha evaluado la influencia de la punta y se ha empleado para invertir hilos de forma local. Empleando conjuntamente el campo que crea la punta con el aplicado por el sistema *in situ* se ha diseñado un proceso de litografía magnética para modificar de forma selectiva la imanación de los nanohilos de 35 nm de diámetro.

Así mismo, hemos sido capaces de realizar ciclos de histéresis con el VF- MFM de un único hilo individual mediante los modos 3D para el caso de los hilos de 180 nm de diámetro.

Se ha estudiado a su vez la distribución de campos coercitivos en ambos casos, observándose diferencias que son consecuencia de los distintos procesos de inversión de la imanación.

Artículos publicados relacionados con este capítulo:

- “Combined Ferromagnetic Resonance and Magnetic Force Microscopy studies in arrays of magnetic nanowires” M. Vázquez, C. Ramos, E. Vasallo, M. Jaafar, and A. Asenjo, *TMSJ*, **5**(4) (2005)
- “Quantitative Magnetic Force Microscopy analysis of the magnetization process in nanowire arrays” A. Asenjo, M. Jaafar, D. Navas and M. Vázquez, *Journal of Appl. Phys.* **100** (2006) 023909
- “Remanence of Ni nanowires arrays: Influence of size and labyrinth magnetic structure” J. Escrig, D. Altbir, M. Jaafar, D. Navas, A. Asenjo, M. Vázquez *Phys. Rev. B* **75** (2007) 184429

5.6- Referencias

- [Aharoni 97] A. Aharoni, *Journal of Appl. Phys* **82** (1997) 1281
- [Asenjo 06] A. Asenjo, M. Jaafar, D. Navas, M. Vázquez. **100** (2006) 023909
- [Chi 04] H. Chik, J.M. Xu, *Mater. Sci. Eng* **103** (2004) R43
- [Choi 03] J. Choi, K. Nielsch, M. Reiche, R.B. Wehrspohn, U. Gösele *J. Vac. Sci. Technol. B*, **21**, (2003) 763
- [Craus 05] C.B. Crauss, T. Onoue, K. Ramstöck, W.G.M.A. Geerts, M.H. Siekman, L. Abelmann y J.C. Lodder, *J. Phys. D: Appl. Phys* **38** (2005) 363-370
- [Endo 08] Y. Endo, H. Fujimoto, S. Kumano, Y. Matsumura, I. Sasaki, Y. Kawamura, M. Yamamoto, R. Nakatani, *Journal of Appl. Phys* **103** (2008) 07D918
- [Escrig 07] Juan Eduardo Escrig Murúa, “Interacción bipolar entre sistemas magnéticos micro y nanométricos”, Tesis doctoral, Universidad de Santiago de Chile (2007)
- [Ferré 97] R. Ferré, K. Ounadjela, J.M. George, L. Piraux and S. Dubois, *Phys. Rev. B* **56**(1997) 104066-14075
- [García 05] R.García, R.V. Martínez, J. Martinez, *Chem. Soc. Rev.* **35** (2006) 29-38
- [Hellwig 07] O. Hellwig, A. Berger, T. Thomson, E. Dobisz, Z. Z Bandic, H. Yang, D. S. Kercher, E. E. Fullerton, *Appl. Phys.Lett.* **90** (2007) 162516

- [Horcas 07] I. Horcas, R. Fernández, J.M. Gómez-Rodríguez, J. Colchero, J. Gómez-Herrero, A. M. Baró, *Rev. Sci. Instrum.* **78** (2007) 013705
- [Hwang 00] M. Hwang, M. C. Abraham, T. Savas, Henry I. Smith, R. J. Ram, C. A. Ross, *J. Appl. Phys.* **87** (2000) 5108- 5110
- [Kaneko 81] M. P. Kaneko, *IEEE Trans Magn.* **17** (1981) 1468
- [Kong 97] L. Kong, L. Zhuang, S.Y.Chou, *IEEE Trans on Magnetics* **33** (5) (1997) 3019
- [Martín 03] J. I. Martin, J. Nogues, K. Liu, J. L. Vicent, I. K. Schuller *J. Magn. Magn. Mat.* **256** (2003) 449
- [Masuda 95] H. Masuda, K. Fukuda , *Science* **268** (1995) 1466- 1468
- [Meier 96] J. Meier, B. Doudin, J.-Ph. Ansermet, *J. Appl. Phys.* **79** (8) (1996) 6010- 6012
- [Metzger 00] R. M. Metzger, V.V. Konovalov, M. Sun, T. Xu, G. Zangari, B. Xu, M. Benakli, W. D. Doyle, *IEEE Trans. Magn.*, **36**, (2000) 30-35
- [Mikulskas 01] I. Mikulskas, S. Juodkazis, R. Tomasiunas, J. G. Dumas, *Adv. Mater.* **13** (20) (2001) 1574
- [Navas 06] David Navas, “Fabricación y caracterización de arreglos de nanohilos magnéticos en películas Nanoporosas de alúmina anódica”, Tesis doctoral Universidad Autónoma de Madrid (2006)
- [Navas 07] D. Navas, O. Sánchez, A. Asenjo, M. Jaafar, J. L. Baldonado, MVázquez, M. Hernández-Vélez, *Nanotechnology* **18** (2007) 165302
- [Nielsch 01] K. Nielsch, R.B. Wehrspohn, J. Barthel, J. Kirschner, U. Gösele, S.F. Fischer, H. Kronmüller. *Appl. Phys. Lett.* **79** (9) (2001) 1360
- [Onoue 05]: T. Onoue, M. H. Siekman, L. Abelmann, J. C. Lodder. *J. Magn. Magn. Mat.* **287** (2005) 501-506
- [Richter 06]: H. J. Richter, A. Y. Dobin, R. T. Lynch, D. Weller, R. M. Brockie, H. J. Richter, A. Y. Dobin, R. T. Lynch, D. Weller, R. M. Brockie, R. J. M. v. d. Veerdonk, P. Asselin, M. F. Erden, *Appl. Phys. Lett.* **88** (2006) 222512
- [Rosa 08]: W. Rosa, M. Jaafar, A. Asenjo, M. Vázquez, *Nanotechnology* en prensa
- [Sanz 06] R. Sanz, A. Johansson, M. Skupinski, J. Jensen, G. Possnert, M. Boman, M. Vázquez, K. Hjort, *Nano Lett.*, **6** (5) (2006) 1065-1068
- [Sellmyer 01] D.J. Sellmyer, M. Zheng, R. Skomski, *J. Phys.: Condens. Matter* **13** (2001) R433-R460
- [Terr 05] B. D. Terris, M. Albrecht, G. Hu, T. Thomson, C. T. Rettner, *IEEE trans. on magn.* **41** (10) (2005) 2822
- [Terris 05] B.D. Terris, T.Thomson, *J. Phys.: Appl. Phys* **38** (2005) R199- R222
- [Thomson 00] D. A. Thompson, J. S. Best, *IBM J. Res. Develop* **44**, 3 (2000) 311
- [Thomson 06] T. Thomson, G. Hu, B. D. Terris, *Phys. Rev. Lett.* **96** (2006) 257204
- [Tian 08] F. Tian, J. Chen, J. Zhu, D. Wei, *J. Appl. Phys* **103** (2008) 013901

- [Vázquez 04] M. Vázquez, K. Nielsch, P. Vargas, J. Velásquez, D. Navas, K. Pirola, M. Hernández – Vélez, E. Vogel, J. Cartes, R.B. Wehrspohn, U. Gösele. *Physica B* **343** (2004) 395-402
- [Vázquez 05] M. Vázquez, C. Ramos, E. Vasallo, M. Jaafar, and A. Asenjo *TMSJ*, **5**(4), 2005
- [Velázquez 03] J. Velázquez, K. R. Pirola, M. Vázquez, *IEEE Trans. Magn.* **39** (2003) 3049.
- [Wadas 97] A. Wadas, M. Dreyer, M. Löhndorf, R. Wiesendanger, *IEEE Trans on Magnetics* **33** (5) (1997) 4050
- [Wang 08] T.Wang, Y.Wang, Y Fu, T Hasegawa, H Oshima, K Itoh, K Nishio, H Masuda, F S Li, H Saito, S Ishio, *Nanotechnology* **19** (2008) 455703

6- PROCESOS DE IMANACIÓN EN NANOESTRUCTURAS DE Ni

6.1- Introducción

6.2- Análisis del estado de vórtice

6.3- Fabricación y caracterización por microscopía de fuerzas. Modos de medida

6.3.1 Preparación de las nanoestructuras

6.3.2 Elección del tipo de punta.

6.4- Caracterización magnética: influencia de la geometría

6.4.1 Estructuras circulares

6.4.2 Estructuras triangulares y cuadradas

6.5- Control de la quiralidad y la polaridad del vórtice con la historia magnética.

6.6- Conclusiones

6.7- Referencias

6.1- Introducción

En los últimos años la miniaturización de las estructuras magnéticas está siendo uno de los temas de mayor interés para la comunidad científica. Por una lado se trata de un reto dado su enorme potencial en numerosas aplicaciones tecnológicas tales como dispositivos de almacenamiento magnético, sensores, spintrónica etc. [Prinz 98], [Wolf 01], [Atkinson 03] o en combinación con otros campos como la biología o la superconductividad, como centros de anclaje para vórtices superconductores [Villegas 03]. Por otra parte, desde un punto de vista fundamental dado que las dimensiones de estas estructuras son del orden de magnitud que las longitudes características del magnetismo, se presentan nuevos fenómenos asociados a efectos de baja dimensionalidad como se introdujo en el *Capítulo 1*. Son unos sistemas que permiten estudiar el magnetismo en un régimen intermedio entre la escala atómica y la macroscópica. Los denominados micro o nanoimanes presentan comportamientos magnéticos diferentes a la escala macroscópica; además, variando tamaños, espesores, formas o distancias seremos capaces de cambiar dichas propiedades magnéticas para un mismo tipo de material [Cowburn 00]. De ahí la importancia de poder entender y controlar los procesos de imanación en este tipo de muestras.

Para el estudio de este tipo de estructuras es necesaria la optimización tanto de técnicas de fabricación, que permitan obtener cada vez elementos más pequeños con una mejor relación calidad/rapidez/coste, como el desarrollo de técnicas de caracterización tanto estructural como magnética, con la resolución y sensibilidad apropiadas a esa escala de tamaños.

En el ámbito de la fabricación se emplean, como ya se ha mencionado, diferentes métodos siguiendo las estrategias de tipo *bottom-up* o *top-down*. Una revisión de estos conceptos se puede encontrar por ejemplo en el trabajo de Martín y colaboradores [Martín 03]. En particular, las muestras que se estudiarán en este capítulo han sido fabricadas siguiendo la estrategia *top-down*. En concreto, se han empleado técnicas de litografía que permiten fabricar conjuntos de elementos ordenados variando de manera controlada las formas geométricas o las dimensiones.

Por otra parte, las propiedades magnéticas de estas estructuras son complicadas de estudiar dadas sus dimensiones o la intensidad de sus señales. No es posible caracterizar este tipo de estructuras individualmente con los magnetómetros

habituales, como el SQUID o VSM ya que la cantidad de material magnético es muy pequeña. Por técnicas magneto-ópticas, como por ejemplo el microscopio de efecto Kerr, no se tiene resolución suficiente para obtener imágenes de la estructura de dominios de cada elemento. Necesitamos una técnica que nos proporcione información local de cada nanoelemento en particular. En este sentido, el Microscopio de Fuerzas Magnéticas se presenta como una herramienta muy adecuada para el estudio de estas estructuras dada su alta resolución espacial así como su sensibilidad [Sáenz 87]. No obstante, y como se verá en este capítulo, dado que el MFM emplea la interacción entre la muestra a estudio y la punta, dependiendo de la elección de esta última, estaremos condicionados a las perturbaciones que se puedan inducir en la muestra. Esto es especialmente crítico en muestras blandas. No obstante, en la literatura se encuentran diversos estudios para cuantificar dichas perturbaciones. Por ejemplo en nanoestructuras de *permalloy* ($\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$), García Martín *et al.* [García-Martín 01] analizan, en combinación con simulaciones numéricas, las perturbaciones inducidas por puntas con diversos espesores y a diferentes distancias de medida. Sobre muestras semejantes también hay estudios realizados por R. D. Gómez y colaboradores [Gómez 99] donde se combinan imágenes adquiridas por MFM y por LTEM (Lorentz Transmisión Electrón Microscopy).

En el trabajo presentado en este capítulo las medidas de MFM van a estar contrastadas con simulaciones micromagnéticas encontrándose un excelente acuerdo. Además gracias a la posibilidad de aplicar campos magnéticos *in situ* se obtendrá información acerca de los procesos de imanación a nivel local.

Dado que, como ya se ha mencionado, los factores geométricos van a influir de manera clara en los procesos de imanación en las nanoestructuras, debido a una fuerte variación de los campos magnetostáticos que, entre otros factores conduce a una anisotropía adicional [Jaque 02], [Costa- Kramer 00], a lo largo del presente capítulo se van a estudiar muestras con diferentes formas geométricas. Una consecuencia de la competición entre la energía magnetostática y los campos de canje será la aparición de una nueva configuración, el estado de vórtice magnético [Cowburn 99]. Un estado de vórtice magnético está caracterizado por dos parámetros: la polaridad del *core* y la *quiralidad* o sentido de giro de la imanación. En la actualidad se está trabajando en controlar ambos aspectos en diferentes tipos de estructuras, ya que se trata de una clara alternativa a la grabación perpendicular [Shinjo 00]. Para ello, es necesario ahondar en los procesos de imanación en este tipo de estructuras, qué mecanismo siguen

(desplazamiento y aniquilación de vórtices), cómo influyen los diferentes parámetros tales como tamaños [Prejbeanu 02], geometría o historia magnética previa y cómo se pueden controlar para su posterior aplicación (introduciendo alguna asimetría, mediante aplicación de campos magnéticos, corrientes polarizadas en spín, etc.).

6.2- Análisis del estado de vórtice

Como vórtice puede considerarse cualquier tipo de flujo circular o rotatorio que posee *vorticidad*. La vorticidad es un concepto matemático usado en dinámica de fluidos que se puede relacionar con la cantidad de circulación o rotación de un fluido. La vorticidad se define como la circulación por unidad de área en un punto del flujo. La aparición de esta estructura es habitual no sólo en nanomagnetismo sino en otros campos a escalas muy diferentes (fluidos, superconductividad, etc.).

Como ya se ha descrito en el campo del magnetismo para definir el estado magnético de una estructura hay que tener en cuenta el balance energético entre las distintas contribuciones existentes: energía de canje, magnetostática, magnetocristalina, de forma o inducida.

En el caso que nos ocupa, en nanomagnetismo, pequeñas variaciones en el tamaño o la geometría pueden ser cruciales para favorecer un estado determinado. Si tenemos imanes de unos pocos nanómetros de tamaño, el estado más favorable es el estado monodominio. La interacción de canje se minimiza si todos los momentos se alinean para formar un estado monodominio como se aprecia en la Figura 6.1.a. Las longitudes características son del orden de magnitud de las dimensiones de las nanoestructuras para la mayoría de los materiales blandos como se describió en el *Capítulo 1*.

En el caso de nanoestructuras cuyo tamaño sea de unas pocas decenas de nanómetros el estado monodominio se sustituye por otras configuraciones que dependerán de la geometría de dicha estructura. Por ejemplo, en el caso de estructuras circulares el estado monodominio es sustituido por el estado de vórtice magnético [Chien 07] (Figura 6.1.b). La energía magnetostática del estado monodominio aumenta con el tamaño del disco con lo que a cierta relación entre el diámetro y el espesor de la estructura circular (Figura 6.1.c) será energéticamente más favorable presentar un estado de vórtice en el que idealmente todos los momentos forman un flujo cerrado

con sentido de giro horario o anti- horario. En el centro de este estado se produce una singularidad donde la energía de canje adquiere valores muy elevados. Por ello, en una pequeña región central, los momentos magnéticos se alinean perpendiculares al plano del disco. Esto se conoce como núcleo o *core* del vórtice cuyo tamaño es del orden de la longitud de canje [Wachowiak 02], que en el caso del Ni es de 9.9 nm.

En definitiva, podemos decir que un vórtice es una estructura de spin que tiene cuatro configuraciones posibles en función de la *quiralidad* (sentido de giro) y de la *polariadad* (sentido de la imanación del núcleo del vórtice, hacia arriba o hacia abajo). Otro parámetro a tener en cuenta es la *vorticidad* que jugará su papel en el proceso de inversión de la imanación. El estado de vórtice, como se verá en este capítulo, no aparece sólo en estructuras circulares sino que también es frecuente encontrarlo en otras geometrías, por ejemplo en cuadrados lo que se conoce como estructura de Landau (Figura 6.1.d) y tiene lugar siempre que se alcancen los balances energéticos adecuados.

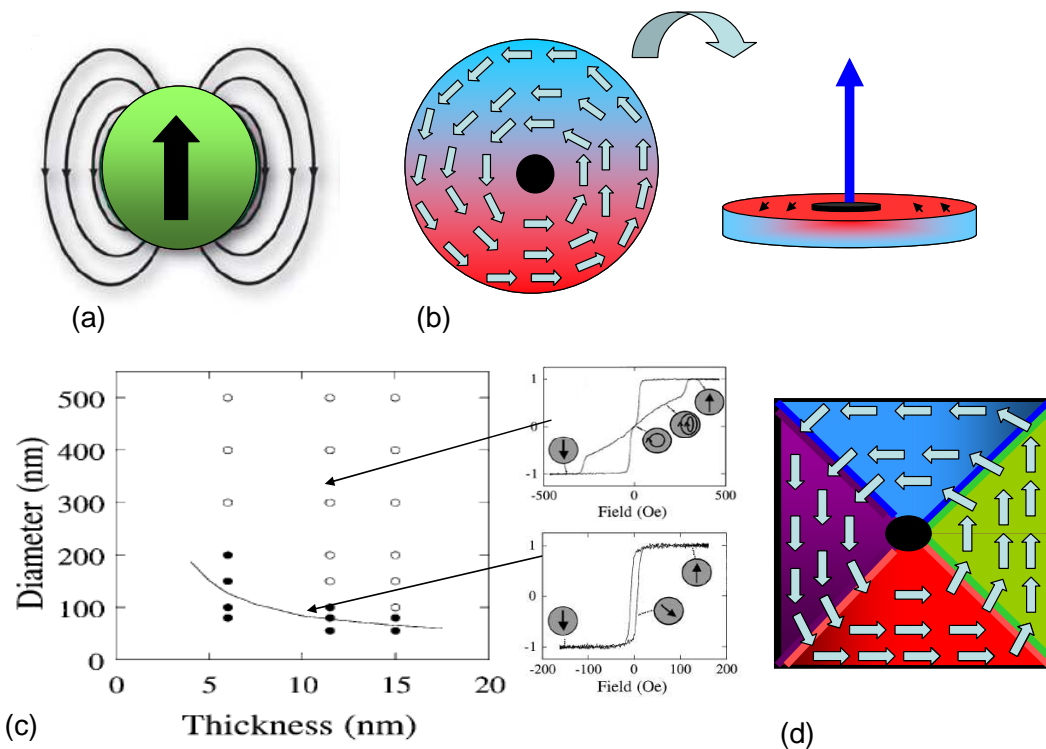


Figura 6.1 (a) Esquema de una configuración monodominio para una estructura circular; (b) esquema de un estado de vórtice en una estructura con la misma geometría; se muestra también el núcleo del vórtice con la imanación fuera de plano de la muestra; (c) diagrama de fases de la relación diámetro - espesor en estructuras circulares para tener un estado monodominio, ●, o de vórtice, ○, con sus ciclos de histéresis correspondientes (fuente: [Cowburn 99]); (d) estructura de vórtice para el caso de geometría cuadrada.

No es sencillo visualizar un estado de vórtice dado que se necesitan técnicas con alta resolución espacial y sensibilidad para detectar tanto la componente fuera de plano (polaridad del *core*) como la componente en el plano (quiralidad). Por ejemplo, en el caso de estructuras circulares, el MFM nos dará información sobre la polaridad pero no sobre la quiralidad [Shinjo 00] mientras que mediante PEEM (Photoemission Electron Microscopy) se tiene la información complementaria [Choe 04]. Por ello muchas veces se debe inferir su existencia por medio de alguna medida indirecta o por cálculos o simulaciones teóricas. En este capítulo se empleará el MFM tanto en remanencia como con campo aplicado lo cual nos dará información tanto de la quiralidad como de la polaridad de los vórtices presentes en las diferentes nanoestructuras.

Otro aspecto de gran interés es la dinámica de vórtices en presencia de campo aplicado. Si se aplica un campo magnético en el plano de la muestra, el vórtice se desplazará perpendicularmente al campo aplicado, en sentidos opuestos en función de la quiralidad. Para un valor de campo H_A , el vórtice alcanzará un borde de la muestra, y se aniquila. A ese valor de campo, la imanación aumenta de forma abrupta hasta alcanzar el estado monodominio. Partiendo de saturación, el vórtice no se genera hasta un valor de campo H_N , cuando se produce la nucleación del vórtice y la imanación drásticamente decrece. Los valores de H_N y H_A son función del tamaño, el espesor, los defectos presentes y, obviamente, del tipo de material a estudio. Para campos comprendidos entre $-H_A < H < +H_N$ el movimiento del vórtice es reversible. El valor de campo necesario para invertir la polaridad del vórtice es muy alto (~ 0.3 T) pero recientemente se ha mostrado que el núcleo del vórtice puede ser invertido con pulsos de campo de nanosegundos (1.5 mT) y con pulsos de corriente lo que vuelve a abrir la puerta al uso de estas nanoestructuras en el campo de la grabación magnética [Van Waeyenberge 06].

En conclusión, un estado de vórtice magnético constituye una excitación magnética elemental cuyo estudio es importante desde el punto de vista fundamental, con el fin de buscar su control como posible empleo en nanotecnología. Un mejor conocimiento de los vórtices magnéticos permitiría alcanzar grandes adelantos en los discos duros con densidades extremadamente altas o en memorias magnéticas. Comparados con los dispositivos electrónicos tradicionales, los dispositivos magnéticos así diseñados serían más rápidos, más pequeños, usarían menos energía, producirían menos calor y no perderían la información cuando se apagase el equipo

6.3- Fabricación y caracterización por microscopía de fuerzas. Modos de medida

6.3.1 Preparación de las nanoestructuras

La fabricación de las muestras que se van a analizar se ha llevado a cabo en la facultad de Física de la Universidad Complutense de Madrid y en el Instituto de Microelectrónica de Madrid (IMM- CSIC) por la dra. Elvira González. Han sido preparadas por una combinación de litografía de haz de electrones, deposición por *sputtering* y proceso de revelado [Martín 98]. Una de las principales ventajas de esta técnica de fabricación es su versatilidad en la preparación de conjuntos de nanoestructuras con geometrías variadas. Siguiendo este proceso, en la literatura hay numerosos ejemplos de elementos magnéticos obtenidos con este método: desde los casos más simples como círculos o líneas hasta formas más complejas como pentágonos, líneas en *zig-zag* etc. (para más detalles ver [Martín 03] y las referencias que ahí se citan). Gracias a esta técnica es posible la fabricación de dispositivos del tipo MRAM (*non-volatile magnetoresistive magnetic random access memories*) o discos magnéticos cuánticos.

El proceso de litografía por haz de electrones consta de una serie de pasos que se muestran esquemáticamente en la Figura 6.2

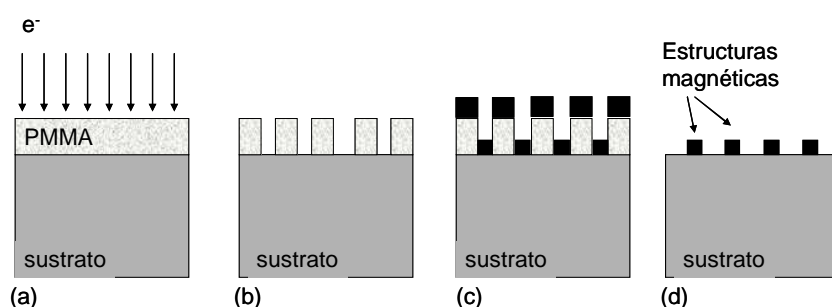


Figura 6.2- Esquema del proceso de fabricación por litografía y deposición por *sputtering* de las nanoestructuras con diferentes geometrías.

En primer lugar, sobre el sustrato elegido se deposita una capa uniforme de resina por *spin-coating*. El espesor de esta primera capa depende de diversos factores pero puede ir desde cientos de angstroms hasta una micra. A continuación se dibuja el patrón deseado exponiendo las áreas seleccionadas de la resina a la fuente de radiación (bien a través de una máscara o bien mediante el haz de electrones del SEM). En el caso particular que se va a estudiar en este capítulo, el sustrato es Si (100) mientras que la

capa que se ha usado es una solución del 4% de poli-metil-metacrilato (PMMA) en triclorobenceno. El dibujo se hace mediante un haz de electrones que se controla desde un ordenador para escribir en el PMMA el patrón previamente programado. Se suele trabajar con unos voltajes en torno a 30 kV y unos valores de corriente variando entre 30 pA y 1 nA. Cada patrón ocupa un área de aproximadamente $50\text{ }\mu\text{m} \times 50\text{ }\mu\text{m}$. Tras este primer paso (Figura 6.2.a) se eliminan las regiones de PMMA que habían sido expuestas al haz de electrones (Figura 6.2.b). A continuación se deposita por *sputtering* el material magnético elegido a temperatura ambiente sobre las zonas de PMMA que actúan como plantilla (Figura 6.2.c). En particular, en nuestras muestras se ha elegido para la deposición Ni (111). El espesor es de unos 50 nm. Finalmente tiene lugar el proceso de revelado. La muestra se sumerge en acetona de manera que se disuelve la plantilla de PMMA que quedaba en el sustrato así como el material magnético depositado sobre dicho PMMA. De esta manera sólo nos queda material magnético depositado directamente sobre el sustrato en las regiones definidas previamente por el haz de electrones de tal modo que obtenemos el patrón deseado como resultado del proceso (Figura 6.2.d). Gracias a esta técnica se obtienen muestras estructuradas de alta calidad y con buena reproducibilidad.

Para una primera caracterización estructural se suele emplear el microscopio electrónico de barrido (SEM) que nos dará información general de las estructuras. En este caso, se presenta en la Figura 6.3.a una imagen adquirida en los Servicios Interdepartamentales de Apoyo a la Investigación, SIDI, de la UAM, del conjunto de triángulos que se estudiará en este capítulo.

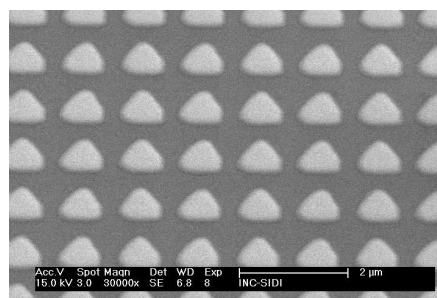


Figura 6.3 Caracterización por SEM del conjunto de estructuras triangulares.

No obstante, para el estudio de estas muestras con técnicas de superficie como el MFM es fundamental que las estructuras se encuentren lo más limpias posibles, esto es, que se haya eliminado completamente los restos de resina empleados durante la

fabricación así como los bordes. Esto induce una mayor dificultad al proceso de fabricación.

Así mismo, será necesario que las estructuras tengan una adecuada relación de tamaños (espesor – tamaño lateral) para que se formen las estructuras de dominios que se están buscando.

A continuación las muestras se caracterizan por AFM dado que esta técnica va a proporcionarnos información individual de cada estructura. La Figura 6.4 muestra tres imágenes adquiridas por AFM de la superficie de las muestras con geometría cuadrada, circular y triangular respectivamente que serán las que se estudien en este capítulo. Se van a mantener constantes las dimensiones laterales (en torno a 500 nm), el espesor (unos 50 nm para todas ellas) y la separación entre los nanoelementos (800 nm). Además de eso, en los perfiles correspondientes se tiene información de las dimensiones de cada nanoelemento en particular. En los tres casos, el sustrato son Si y las nanoestructuras son de Ni. Como se puede apreciar las superficies son limpias y la rugosidad sobre cada nanoelemento es muy baja (~ 1 nm) lo cual es un signo inequívoco de alta calidad de las muestras que facilitará que la imanación esté principalmente en el plano como veremos en su estudio por MFM.

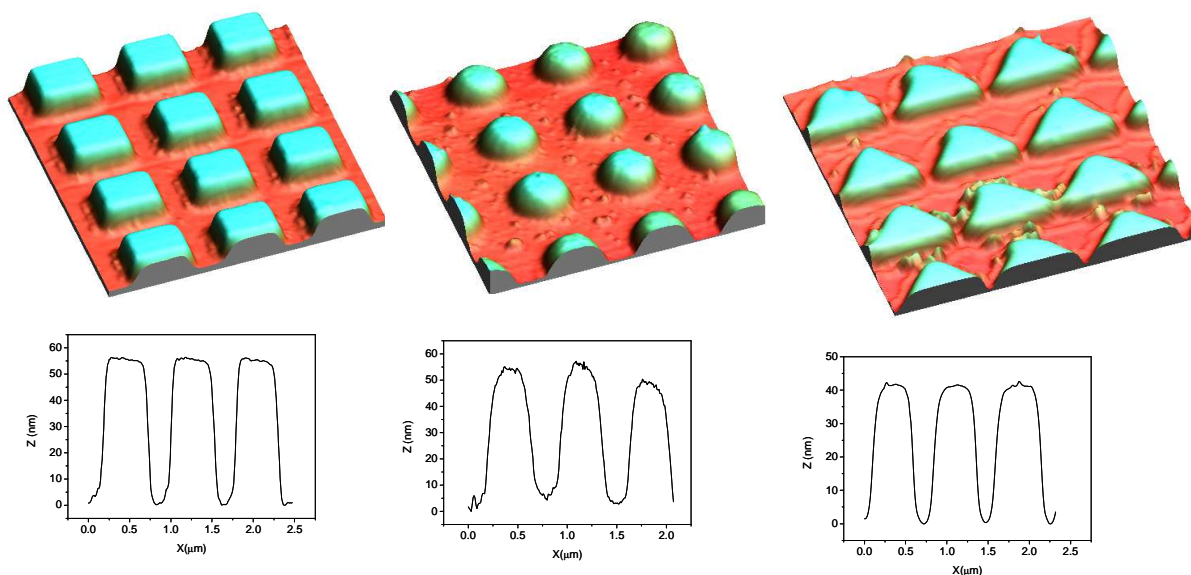


Figura 6.4 Imágenes de AFM y sus perfiles correspondientes para los tres tipos de muestras a estudiar: (a) con geometría cuadrada, (b) circular y (c) triangular

6.3.2 Elección del tipo de punta.

La elección de la punta a emplear es un detalle crucial debido a los bajos campos coercitivos de las estructuras. Hay que buscar el compromiso entre tener un contraste magnético suficiente y minimizar la influencia del campo creado por el material magnético de las puntas sobre las muestras. Este es un problema habitual cuando se miden este tipo de estructuras. Por ejemplo, en la literatura se describe que una variación de unos pocos nanómetros en los espesores del material magnético de las puntas empleadas para estudiar muestras de *permalloy* produce una interacción o bien demasiado débil para apreciar la estructura de dominios (~15 nm de material magnético) o, si el espesor es mayor de 30 nm, el único contraste que se aprecia es atractivo [García- Martín 01]. En nuestro caso la elección ha sido cuidadosa. Puntas comerciales (tipo Nanosensors, μ - mach etc) con un recubrimiento en torno a 40 nm provocan perturbaciones. En la Figura 6.5.a se muestra la topografía de una nanoestructura triangular y su correspondiente señal de MFM (Figura 6.5.b) donde sólo tenemos contraste atractivo ya el campo creado por la punta está modificando de forma incontrolada los dominios magnéticos de la muestra. Los campos que crean estas puntas se han estimado en torno a 70 mT (*ver Capítulo 3*). En el extremo opuesto, puntas comerciales de bajo momento (del tipo Veeco LM) con recubrimientos en torno a 15 nm y campos de fuga alrededor de 30 mT dan una interacción demasiado débil (Figura 6.5.c y d) y, debido a la relación de intensidad - ruido no tenemos la sensibilidad suficiente para este tipo de estudios. Por ello, se ha preferido emplear puntas magnéticas no comerciales depositadas por *sputtering* eligiendo cuidadosamente el espesor del material magnético del recubrimiento. En la Figura 6.5.e y f se muestra la topografía y la imagen MFM de dos nanoestructuras triangulares tomadas con una punta recubierta con 35 nm de Co. Se puede apreciar como la estructura de dominios comienza a definirse aunque aún se producen modificaciones irreversibles. El campo que crea este recubrimiento se ha estimado en unos 35 mT siguiendo el procedimiento descrito en el *Capítulo 3*. Disminuyendo aún más el espesor de la capa magnética, a unos 20 nm se encuentra el recubrimiento óptimo para el estudio de este tipo de muestras. Como se puede ver en la Figura 6.5.g y h la estructura de dominios es estable tras el barrido y se puede distinguir con claridad el *core* del vórtice en el centro de cada estructura. No se producen saltos ni en la estructura de dominios en el plano ni en la polaridad del núcleo del vórtice debidos al *stray field* de la

punta que en este caso se ha estimado menor de 20 mT. Por ello este tipo de puntas será el que se emplee en las medidas que se van a presentar en este capítulo. Será inevitable observar distorsiones en las paredes de dominios pero en todo caso serán reversibles e incluso nos van a ayudar a obtener información adicional sobre las muestras (sentido de giro) que completaremos además con simulaciones micromagnéticas.

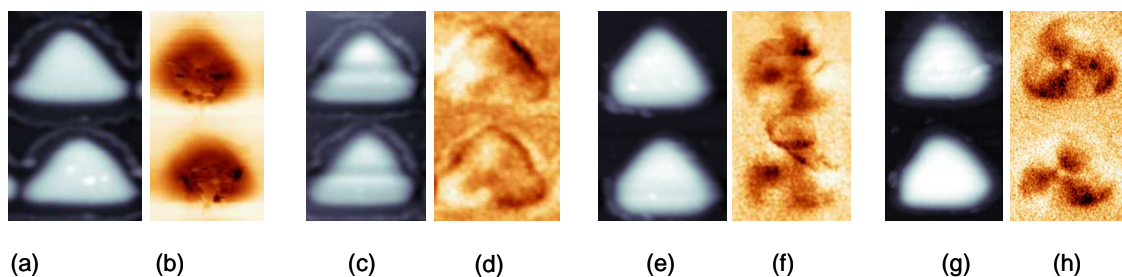


Figura 6.5. Topografía y señal magnética de nanoestructuras triangulares adquiridas con una punta comercial con un recubrimiento en torno a: (a) y (b) 40 nm; (c) y (d) 15 nm de CoCr. Con una punta no comercial recubierta con (e) y (f) 35 nm; (g) y (h) 20 nm de Co. Tamaño de las imágenes: $1.1 \mu\text{m} \times 2.2 \mu\text{m}$.

Trabajaremos en modo dinámico, en no contacto y con el tradicional método de realizar dos pasadas, la primera a pocos nanómetros de la superficie (en torno a 7 nm), donde se registrará la topografía y en la segunda, separando punta y muestra una distancia dada, obtendremos la información magnética midiendo el desplazamiento en frecuencia. La única diferencia estará en que esta segunda pasada se puede realizar de dos formas, bien repitiendo el mismo perfil que en el primer barrido a una distancia típica de entre 20 y 50 nm según la intensidad de la señal, o bien tras ajustar a una línea y no repetir la pasada de topografía. En este apartado emplearemos ambos mecanismos con el fin de eliminar la componente topográfica de la señal de largo alcance.

Por último, mencionar que, dado que se realizarán experimentos con campos aplicados en el plano, será necesario utilizar puntas que no orienten su dominio final paralelo al campo aplicado para los valores que se usarán, de tal modo que todas las variaciones en los contrastes de las imágenes MFM sean debidos a modificaciones en la estructura de dominios de las muestras. Por ello, previamente se hará una caracterización de las puntas mediante los procedimientos descritos en el *Capítulo 3*.

6.4- Caracterización magnética: influencia de la geometría

Como ya se ha mencionado anteriormente, dada la física presente así como las potenciales aplicaciones tecnológicas, hay un alto interés en el entendimiento y control de los procesos de imanación en nanoestructuras magnéticas. En este sentido, lo más estudiado en la literatura tanto desde un punto de vista experimental como teórico han sido muestras con geometría circular (algunos ejemplos se pueden encontrar en [Cowburn 99], [Okuno 02]) o cuadrada (ver [Shi 00] o [Gómez 99]) y, en cuanto a los materiales más empleados destacan el *permalloy* o el Co. En cambio, acerca de otros materiales blandos como el Ni, hay muchos menos trabajos entre los cuales, encontramos algunas aproximaciones teóricas como en [López- Urías 05] o [Ha 03] pero sin evidencia experimental.

Por ello, en este capítulo el objetivo es centrarnos en el estudio de nanoestructuras de Ni con diferentes formas geométricas. Se han elegido muestras circulares, cuadradas y triangulares. Este último caso será el que se analizará con más detalle ya que es el más interesante al romperse la simetría. Son pocas las referencias que analizan la influencia de la geometría de manera sistemática y, en general, estudiando otro tipo de materiales; por ejemplo Cowburn en [Cowburn 00] analiza nanoestructuras de *permalloy* con una gran variedad de geometrías que van desde puntos circulares, cuadrados, pentágonos, elipses hasta triángulos desde un punto de vista tanto experimental; Nakatani y colaboradores analizan la influencia de la geometría comparando estructuras ordinarias con anulares como candidatas a memorias magnéticas no volátiles [Nakatani 02].

Además de la geometría, otro punto clave para la configuración de dominios es el *aspect ratio*. Según la relación entre las dimensiones laterales y el espesor energéticamente será más favorable tener una estructura monodominio o multidominio compleja pasando por estados intermedios [Gómez 99], [Thomson 06]. Este hecho es importante ya que, como se demuestra en [Cowburn 00] la forma del ciclo de histéresis y, por tanto, el tipo de procesos de imanación va a depender fuertemente de este factor.

En nuestro caso, se mantendrá una relación constante (tamaño lateral – espesor) para todas las estructuras así como la periodicidad y lo que se va a variar será la forma

geométrica, por ello esta será la única influencia en la configuración de la estructura de dominios de cada elemento.

Este estudio se llevará a cabo mediante Microscopía de Fuerzas Magnéticas tanto en remanencia como con campos aplicados y se comparará con los resultados de simulaciones micromagnéticas.

6.4.1 Estructuras circulares

i) Medidas en remanencia

Comenzamos con el caso de las estructuras circulares (*dots*). Las dimensiones son, como ya hemos mencionado, 50 nm de espesor y 500 nm de diámetro. La estructura de dominios que visualizamos en las imágenes de MFM se corresponde con un estado de vórtice magnético.

En los últimos años la observación de vórtices magnéticos con MFM ha sido un importante logro ya que se requieren unas condiciones de medidas muy delicadas para visualizarlo: por una parte, la muestra tiene que tener suficiente espesor para poseer un núcleo con un momento magnético lo suficientemente intenso para la sensibilidad de la punta ya que de otra manera no es posible visualizarlo [Pokhil 00]. Y, en segundo lugar, está el campo que crean las puntas. Lo más habitual puede ser que si tenemos una punta de bajo momento la señal sea demasiado débil, y, en caso contrario, con puntas de mayor momento se induce un contraste atractivo en la zona que rodea el núcleo e incluso voltea la imanación del mismo en su dirección paralela [García-Martín 04]. Además, para que una estructura circular presente un estado de vórtice será necesario que energéticamente le sea favorable, lo cual dependerá, como ya se ha mencionado de la relación de tamaños (diámetro- espesor).

Además de la componente correspondiente al núcleo del vórtice (polaridad), la otra propiedad a tener en cuenta es el sentido de la imanación en la región que lo rodea, es decir, la *quiralidad*. Este sentido (horario o anti-horario) es independiente de la componente central del *core* (hacia arriba o hacia abajo) de tal modo que tenemos cuatro estados energéticamente equivalentes (ver Figura 6.6 y Figura 6.7)

En el caso de estructuras circulares perfectas, las imágenes de MFM en ausencia de campo aplicado no proporcionan ninguna información acerca del sentido de la rotación de la imanación en el plano. Como se verá más adelante en detalle al aplicar

campo magnético *in situ* en el plano, en función a la dirección de desplazamiento del vórtice será posible deducir la quiralidad.

En la Figura 6.6.a tenemos la topografía de una estructura circular con el núcleo del vórtice con la imanación paralela a la imanación de la punta. En la imagen de MFM (Figura 6.6. b) se pueden distinguir claramente dos aspectos: un contraste oscuro en la parte externa y un punto mucho más oscuro en la parte central, que se corresponde con el *core* del vórtice. En la Figura 6.6.c presento un perfil simultáneo de la topografía y de la imagen magnética a 55 nm mientras que los esquemas de las dos posibles configuraciones para este estado están representados en la Figura 6.6.d

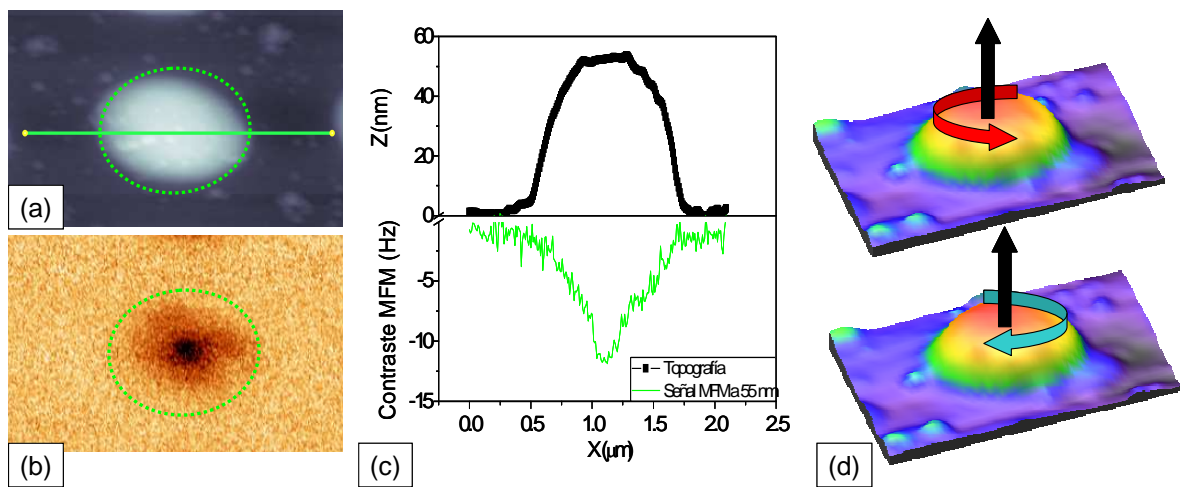


Figura 6.6 (a) Topografía e (b) imagen magnética de una nanoestructura circular con la imanación del núcleo del vórtice paralela a la imanación de la punta; (c) perfiles simultáneos en (a) y (b); (d) esquema de las posibles configuraciones de la imanación

En la Figura 6.7.a se muestra la imagen de topografía de otra estructura circular, en esta ocasión con el núcleo del vórtice en la dirección antiparalela a la imanación de la punta. También en este caso, la imagen de MFM (Figura 6.7.a) presenta un contraste oscuro en la zona externa, pero ahora el punto central posee un contraste claro. El hecho de que en ambas situaciones la parte externa sea oscura, es decir, se corresponda con una interacción atractiva (el desplazamiento en frecuencia en ambos casos, Δf , es negativo) está descrito por ejemplo en [García- Martín 04]. Dicho contraste oscuro se corresponde con la acción del campo creado por la punta en la estructura de la muestra y depende principalmente del espesor de la capa de material magnético que tenga dicha punta. En los perfiles tomados en la señal de MFM en ambas situaciones (Figura 6.6.c y Figura 6.7.c) aparece un pico superpuesto al contraste oscuro correspondiente a

la fuerza atractiva global. Este pico depende de la orientación relativa entre la imanación de la punta y la del núcleo del vórtice. Para el caso de orientación paralela, la interacción es atractiva y el valor de dicho pico es más negativo mientras que para el caso de la orientación antiparalela la interacción es repulsiva y el pico es menos negativo.

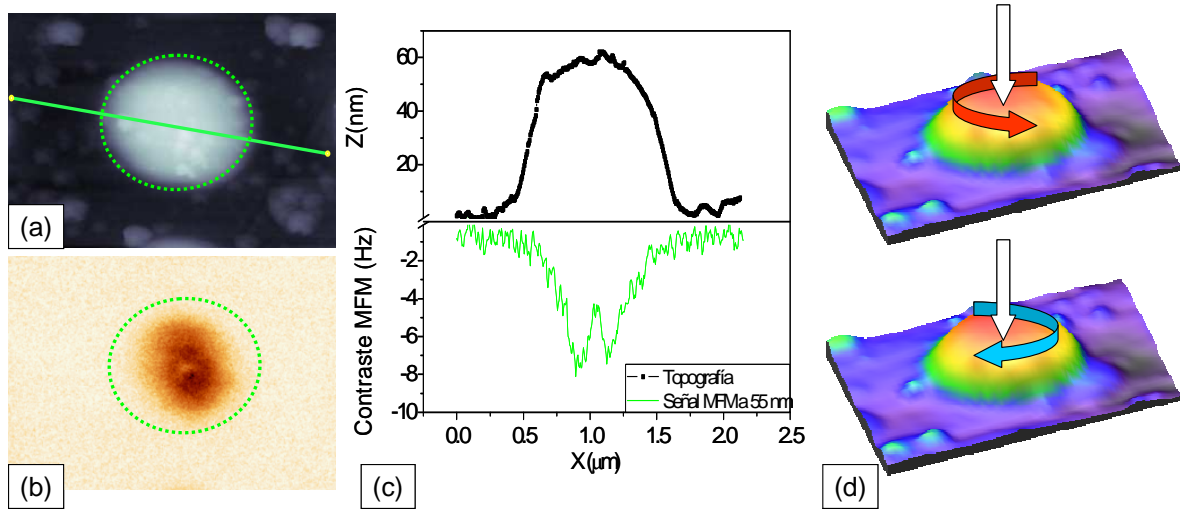


Figura 6.7 (a) Topografía e (b) imagen magnética de una nanoestructura circular con la imanación del núcleo del vórtice antiparalela a la imanación de la punta; (c) perfiles simultáneos en (a) y (b); (d) esquema de las posibles configuraciones de la imanación

ii) Medidas con campo aplicado.

Como ya se ha mencionado, debido a la configuración de dominios en las estructuras circulares no somos capaces de distinguir el sentido de giro de la imanación en el plano con las imágenes de MFM en remanencia, sino que sólo somos sensibles a la componente fuera de plano del núcleo del vórtice. Una forma de determinar cuál es la quiralidad es aplicando campo *in situ* con el VF-MFM

Gracias a la colaboración con el grupo de la Dra. Oksana Fesenko hemos podido comparar los resultados experimentales con simulaciones micromagnéticas realizadas por Rocío Yanes. Las simulaciones micromagnéticas son una herramienta muy útil para predecir la dinámica de los procesos de imanación en nanoestructuras. En relación con las imágenes de MFM estas simulaciones proporcionan una valiosa interpretación para la configuración de la imanación en la nanoescala. Además dichos modelos permiten estudiar y seguir la dinámica de procesos que suceden en escalas de tiempo no observables con MFM.

En el caso de las estructuras circulares se ha usado el código Magpar [Magpar]. Los parámetros empleados son la constante de anisotropía magnetocristalina $K = -5 \cdot 10^3 \text{ J m}^{-1}$, el valor de la imanación de saturación $M_s = 0.61 \text{ T}$ y la constante de canje $A = 3.4 \cdot 10^{-12} \text{ J m}^{-1}$ para estructuras de 50 nm de espesor y 500 nm de diámetro.

En la Figura 6.8 se muestra una secuencia de imágenes simuladas correspondientes a la configuración de la imanación con campo aplicado en el plano de las muestras en la dirección dada. Las flechas pequeñas indican la dirección de la imanación mientras que la escala de colores nos indica el signo de M_x (el color rojo se corresponde con $M_x > 0$ mientras que el color azul es $M_x < 0$; el verde es $M_x \sim 0$). En este caso se parte de saturación (a) y se representa una rama del ciclo de histéresis. Una vez que se crea el vórtice en la parte superior de la estructura se desplaza perpendicular al campo aplicado hacia el centro. A campo cero tenemos un estado de equilibrio con una quiralidad impuesta por la dirección de saturación (sentido de giro anti-horario). Si seguimos aplicando campo se observa como el vórtice se desplaza ahora hacia la base de la estructura hasta saturar en sentido contrario al de partida.

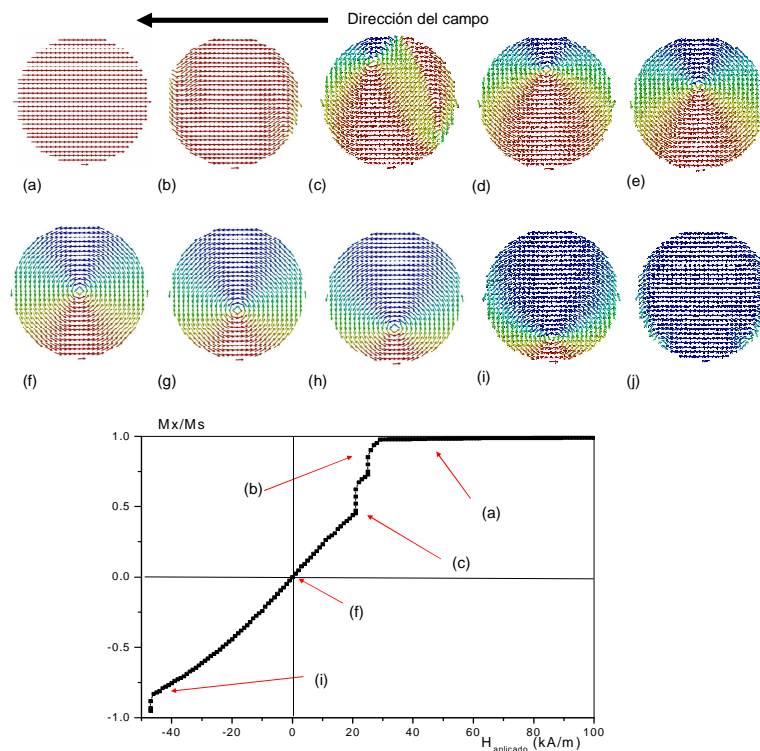


Figura 6.8- Ciclo de histéresis e imágenes simuladas para una estructura circular. Cortesía de R.Yanes y O. Fesenko.

Una vez que conocemos en qué dirección se desplaza el núcleo del vórtice, podemos interpretar las imágenes de MFM con campo aplicado en función de los resultados observados en este aspecto. Por ejemplo, en la secuencia de imágenes que se muestran

en la Figura 6.9, el punto de partida es una configuración de quiralidad desconocida, y núcleo de vórtice con la imanación paralela a la imanación de la punta (contraste en el centro oscuro). A medida que se comienza a aplicar campo magnético en la dirección señalada en el plano de la muestra apreciamos claramente como en la Figura 6.9.b el vórtice se ha desplazado hacia la parte superior de la estructura, lo que nos indica que la quiralidad de partida era contraria a las agujas del reloj. Si seguimos aumentando el valor del campo aplicado, el aspecto de la configuración de la imanación cambia radicalmente hasta terminar con un monodominio en la dirección del campo aplicado (Figura 6.9.d). Se recupera el estado de vórtice al retirar el campo aplicado.

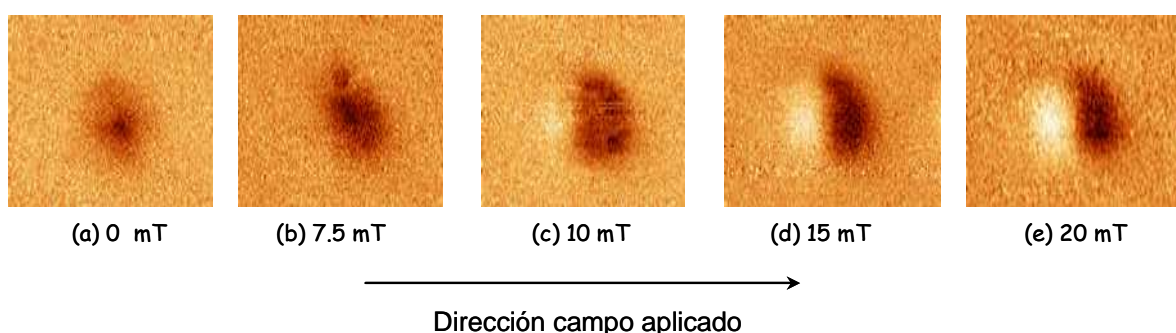


Figura 6.9- Imágenes de MFM con campo aplicado de una muestra con geometría circular. Pasamos de una configuración con un vórtice en el centro de la estructura a una situación de monodominio.

6.4.2 Estructuras cuadradas y triangulares

En este apartado se van a estudiar los casos de las estructuras con geometría cuadrada y triangular. El caso de la geometría cuadrada como ya se ha mencionado, está reportado por diversos autores en la literatura aunque son estudios principalmente en *permalloy* así que por este motivo me centraré más en detalle en el caso de los nanotriángulos, aunque se hará una breve comparativa entre las dos geometrías.

Además, de nuevo con la colaboración del grupo de la Dra. Oksana Fesenko, se harán comparaciones directas de los resultados experimentales con simulaciones micromagnéticas realizadas por Rocío Yanes.

No obstante, hay que destacar que la relación entre las configuraciones micromagnéticas y el contraste resultante del MFM no es en absoluto trivial [García-Martín 04]. En una visión simplificada una imagen de MFM puede calcularse como la segunda derivada de la componente z del campo magnetostático a la distancia correspondiente.

i) Medidas en remanencia

En el caso de los triángulos y cuadrados cada nanoestructura presenta un número de dominios en el plano. En el caso de los cuadrados, como se aprecia en la Figura 6.10.b tenemos cuatro dominios en el plano mientras que para las estructuras triangulares hay tres (ver Figura 6.10.e) El contraste claro y oscuro corresponde a los extremos de los dominios donde hay una mayor concentración de polos positivos o negativos y una mayor variación de M en el plano. En ambos casos la estructura de dominios tiende a minimizar la energía magnetoestática. Con el fin de disminuir la densidad de polos, los momentos magnéticos se alinean con el borde más próximo de la nanoestructura. El tamaño de las estructuras está próximo al umbral para el desarrollo de paredes ya que el tamaño de las mismas en Ni es típicamente de 100 nm.

También se aprecia, además del contraste dipolar, otro contraste claro en el centro de cada elemento que se corresponde con el núcleo de un vórtice con imanación fuera del plano apuntando en este caso hacia abajo (ver el esquema de la configuración de dominios propuesta).

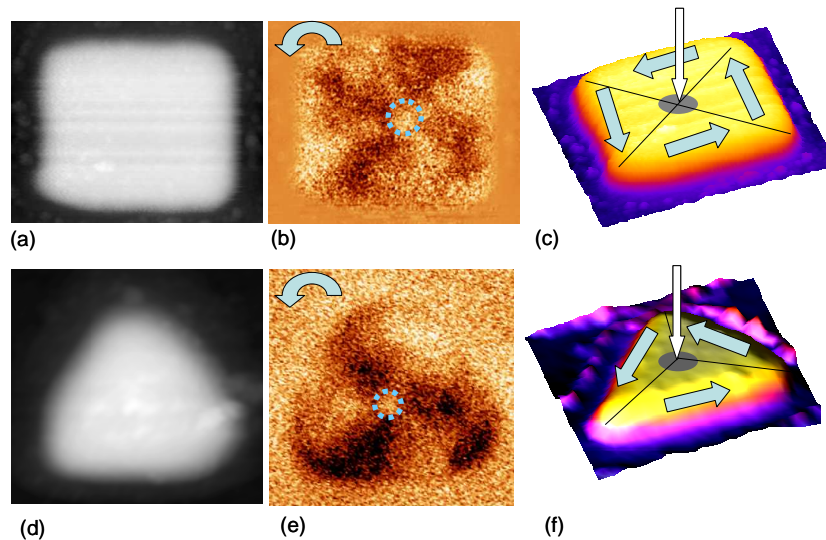


Figura 6.10 (a) Topografía, (b) imagen de MFM y (c) esquema de la configuración de dominios propuesta para el caso de nanoestructuras cuadradas de 500 nm de lado y 50 nm de espesor.; (d) topografía, (e) imagen de MFM y (f) esquema de la configuración de dominios propuesta para el caso de nanotriángulos de dimensiones semejantes.

Para cada estructura tenemos, como es habitual, cuatro estados energéticamente equivalentes en función de la polaridad del vórtice, positiva o negativa y en función de la quiralidad (sentido de giro) horaria o anti-horaria.

Esta situación es mucho más relevante en el caso de los nanotriángulos al romperse la simetría. De nuevo, gracias al MFM podemos identificar claramente cada una de la

cuatro configuraciones (polaridad +1 o -1, hacia arriba o hacia abajo y quiralidad con sentido horario o anti-horario) que son independientes entre sí (ver Figura 6.11) y que influirán de manera determinante en los procesos de imanación como veremos en los siguientes apartados.

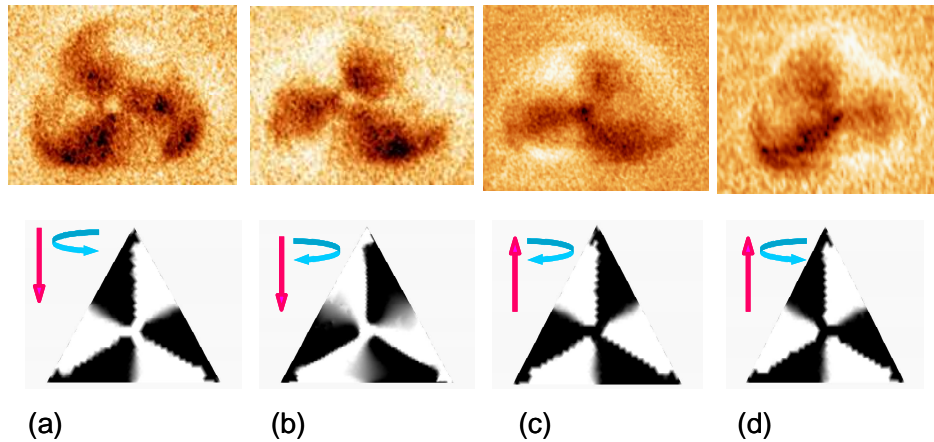


Figura 6.11 Serie de imágenes experimentales de MFM y sus correspondientes simulaciones para las cuatro configuraciones posibles en las nanoestructuras triangulares (a) polaridad hacia abajo, quiralidad anti-horaria; (b) polaridad hacia abajo, quiralidad horaria; (c) polaridad hacia arriba, quiralidad horaria; (d) polaridad hacia arriba, quiralidad anti-horaria

Para mayor completitud se han realizado en cada caso las correspondientes simulaciones. Se ha usado la constante de anisotropía magnetocristalina $K = -5 \cdot 10^3 \text{ J m}^{-1}$, el valor de la imanación de saturación $M_s = 0.61 \text{ T}$ y para la constante de canje $A = 3.4 \cdot 10^{-12} \text{ J m}^{-1}$. El código empleado ha sido Magpar [Magpar]. Para ello se ha elegido como tamaño promedio para la discretización 10 nm. Hay que tener en cuenta que, debido al carácter ideal del Ni en las simulaciones (ausencia de defectos) los valores obtenidos para los campos coercitivos suelen ser algo más altos que los medidos experimentalmente, algo que por otra parte es habitual para las simulaciones micromagnéticas. Sucede algo semejante con la forma en que el proceso de fabricación define los bordes de las estructuras, aspecto crucial en los procesos de nucleación y en la anisotropía de forma efectiva. El resultado de la simulación aparece en la Figura 6.11. En las imágenes se aprecian de nuevo las cuatro combinaciones posibles de polarización de los vórtices y quiralidades. Comparando con las imágenes experimentales de MFM vemos que la correlación es muy buena.

Cabe destacar que el tamaño del núcleo del vórtice que aparece en las simulaciones es ligeramente mayor que en el caso de las estructuras circulares [Shinjo 00] debido a la

acumulación de cargas adicionales provenientes de las paredes de dominios debido a la ruptura de la simetría de la geometría triangular respecto a la circular.

ii) Medidas con campo aplicado.

Como ya se ha mencionado, las estructuras en las que se centrará nuestro estudio son los nanoelementos con geometría triangular debido a la ruptura de simetría. Los procesos de imanación con movimiento de vórtices se han observado experimentalmente o mediante simulaciones para otras simetrías (cuadrada o circular) estando reportado en la literatura (ver por ejemplo para estructuras circulares en [Buchanan 05] o [Gusilenko 01], y para estructuras con forma de rombos en [Goolaup 06], pero no así para el caso de la geometría triangular.

En general, los procesos de imanación de cada nanotriángulo dependerán del estado inicial y, al no existir interacción entre elementos adyacentes, serán independientes entre sí. Al aplicar un campo magnético *in situ* con el VF- MFM en el plano de la muestra, paralelo a la base de los triángulos (dirección $-x$), se puede apreciar como el centro del vórtice se mueve bien en la dirección $+y$ o bien en la dirección $-y$. El motivo de que se den dos direcciones posibles para el núcleo del vórtice es debido a la quiralidad de partida y es independiente de la polaridad inicial del *core*. Las imágenes de MFM de la Figura 6.12 correspondientes a la serie *a* y *c* muestran la evolución del estado magnético de dos nanotriángulos con configuraciones iniciales opuestas: en sentido anti- horario en el primer caso y a favor de las agujas del reloj en el segundo. En ambos casos el núcleo del vórtice apunta hacia abajo (contraste claro) pero el proceso es independiente de la polaridad del vórtice. Cuando se aplica un campo positivo para la quiralidad con sentido anti-horario, el núcleo del vórtice se mueve hacia la esquina superior del triángulo hasta que desaparece para un valor de campo de aniquilación, H_A en torno a 15 mT (serie (a), Figura 6.12). Para el caso con la configuración de giro horaria, la evolución de la imanación es opuesta, el núcleo del vórtice se mueve desde el centro hacia la base del triángulo de la nanoestructura. En este caso desaparece también a unos 15 mT (serie (c), Figura 6.12). Como podemos comprobar hay una excelente correlación con las simulaciones micromagnéticas (Figura 6.12, series (b) y (d)) que además nos sirven para verificar lo presupuesto anteriormente: la evolución del *core* del vórtice no depende de la polarización del mismo sino solamente de la quiralidad de partida.

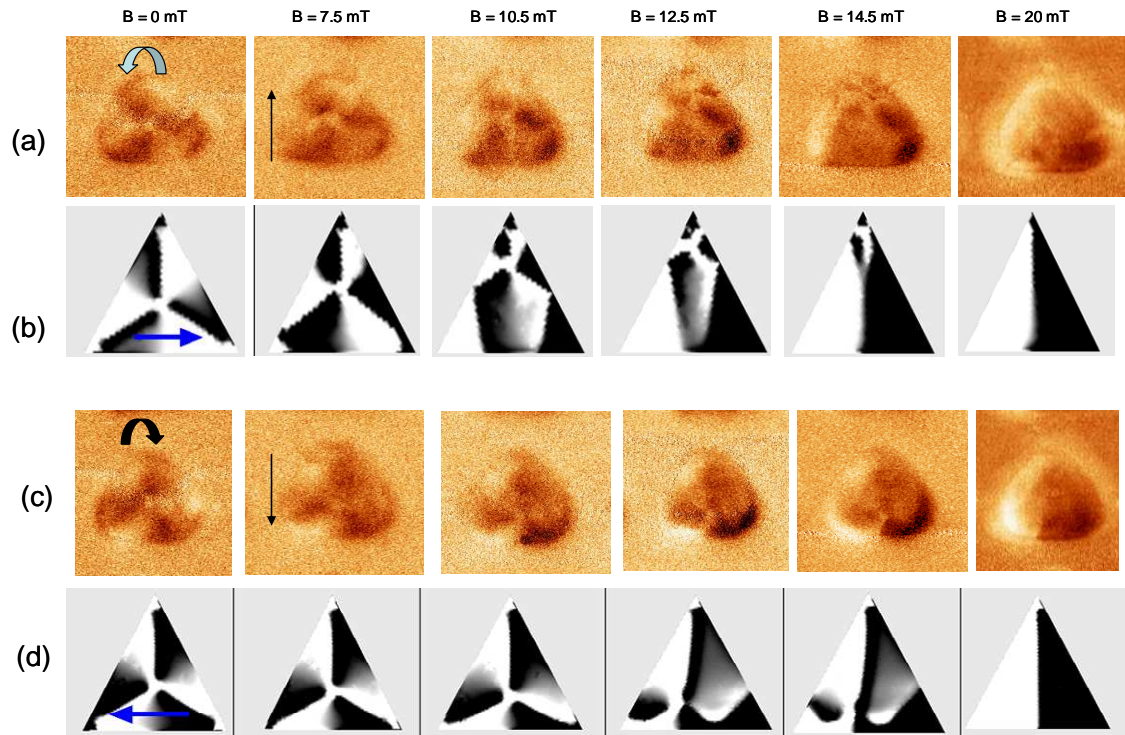


Figura 6.12. Las series (a) y (c) se corresponden con imágenes de MFM obtenidas a distintos valores de campo magnético aplicado *in situ* en el plano en la dirección $-x$ incrementándose desde 0 a 20 mT para una nanoestructura con configuración inicial de giro en sentido (a) anti-horario y (b) horario. Las flechas indican la dirección del momento magnético en la base de los triángulos. En ambos casos la imanación del núcleo del vórtice es hacia abajo. Dicho vórtice se desplaza hacia arriba (abajo) para el nanotriángulo con sentido de giro anti-horario (horario); simulaciones correspondientes a las configuraciones (c) anti-horaria y (d) horaria .

Si a continuación en cada caso comenzamos a disminuir el campo aplicado en sentido decreciente, se observa como el vórtice vuelve a nuclear siempre en la base del triángulo independientemente de la quiralidad de partida de la nanoestructura. El campo de nucleación H_N , calculado por simulaciones es aproximadamente 5 mT; el valor observado experimentalmente está en torno a 9 mT dado que tanto este valor como el de H_A dependen de las particularidades que pueda tener cada estructura (ligeras diferencias en forma o tamaño, defectos etc.). A campo cero la estructura adopta una configuración semejante a la de partida. En la Figura 6.13 se muestra el proceso: se parte de saturar los triángulos con un campo de 25 mT en sentido positivo; a continuación comenzamos a disminuir el valor del campo aplicado de manera lenta y, entre 9 y 5 mT, se aprecia como los vórtices nuclean en la base de los triángulos con polaridades aleatorias; al seguir disminuyendo el campo, los vórtices comienzan a desplazarse, perpendicularmente a la dirección de aplicación del campo, hacia el centro de la estructura. Finalmente, a campo cero se observa la configuración de mínima energía con los tres dominios en el plano y el *core* con imanación tanto hacia arriba

como hacia abajo. No obstante, la distribución que obtenemos tiene una quiralidad bien determinada, que es función de la dirección de saturación de partida. Esta dependencia de la quiralidad con la historia magnética previa será lo que se detallará en el siguiente apartado. También se ha representado un ciclo simulado junto con algunas imágenes, en este caso tras saturar en sentido contrario a los datos experimentales.

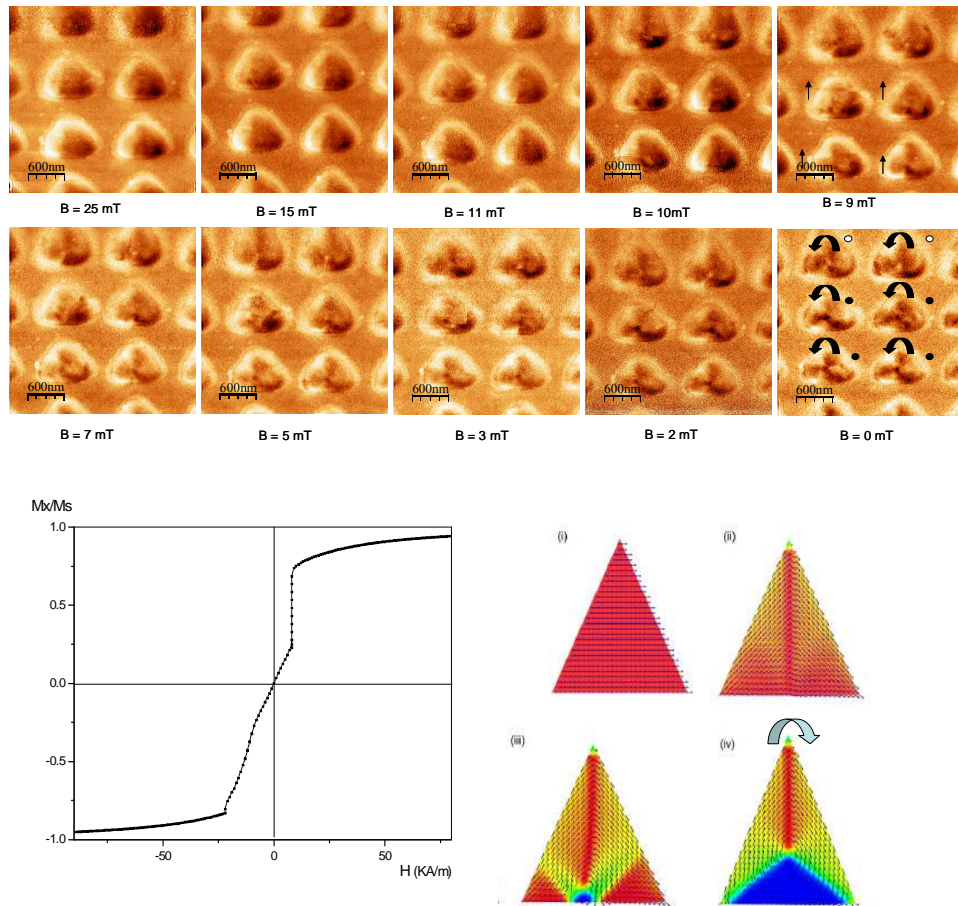


Figura 6.13- Imágenes experimentales de MFM del proceso de nucleación de los vórtices en estructuras triangulares. Tras saturar la muestra in situ con un campo en el plano de 25 mT se comienza a disminuir el valor del campo; a unos 7 mT comienzan a nuclearse los vórtices en la base de los triángulos desplazándose hacia el centro de las estructuras. A campo cero todas las estructuras tienen la misma quiralidad, impuesta por la dirección de saturación mientras que la polaridad del *core* del vórtice es aleatoria. También se muestra el ciclo simulado para una estructura y la configuración de dominios teórica partiendo de otro estado de saturación, finalizando con la quiralidad en sentido horario. (Cortesía de R. Yanes y O. Fesenko)

6.5- Control de la quiralidad y la polaridad del vórtice con la historia magnética.

Como ya hemos mencionado, la *quiralidad* es un fenómeno que hoy en día atrae mucho interés tanto desde un punto de vista fundamental como por sus potenciales aplicaciones. Si se consiguen controlar de manera independiente la polaridad y la quiralidad de nanoestructuras magnéticas, éstas se convierten en una clara alternativa a bits de información magnética; en la literatura encontramos referencias recientes como por ejemplo el trabajo de Gaididei y colaboradores, [Gaididei 08] donde se controla la quiralidad de discos rompiendo la simetría con una máscara para crear un campo magnético inhomogéneo o el de Konoto *et al.* [Konoto 08] donde se controla la quiralidad de distintas geometrías tales como anillos, círculos o cuadrados, mediante un campo magnético inhomogéneo sin introducir ninguna asimetría previa. Uno de los trabajos más distinguidos de estos últimos años, que proporciona una idea de la relevancia de estos conceptos, son los presentados por Parkin y colaboradores [Parkin 08] y [Moriya 08] donde el control de la quiralidad en vórtices formados en nanohilos blandos mediante pulsos de corriente polarizada se emplea como fundamento para memorias magnéticas.

En nuestro trabajo vamos a comprobar como la quiralidad de las nanoestructuras con geometría triangular depende de la historia magnética previa y como, mediante el VF-MFM se puede estudiar y controlar la quiralidad y la polaridad de los nanoelementos. Se parte de un estado desimanado en el cual tanto las quiralidades como las polaridades son aleatorias como se puede ver en la imagen de MFM (Figura 6.14.a). Esta imagen de $6\ \mu\text{m} \times 6\ \mu\text{m}$ sirve para tener una estadística de los distintos estados de las estructuras (30 triángulos). Este proceso se hace *ex situ*, sometiendo a la muestra a campos alternos en un electroimán. Posteriormente se aplica un campo magnético *in situ* en el plano de la muestra en la dirección $-x$ en este caso hasta un valor de 25 mT, en principio suficiente para saturar las estructuras mediante el VF-MFM y se vuelve a bajar a cero. En remanencia, la quiralidad de los triángulos va a ser siempre la misma, determinada por la dirección previa de saturación, en este caso en el sentido de las agujas del reloj. Ambas imágenes (Figura 6.14.b) corresponden a la misma zona de la muestra. Nótese que, aunque está presente el campo que crea la punta, la polaridad del *core* es aleatoria apareciendo contrastes tanto claros como oscuros (60 %hacia arriba

y 40% hacia abajo), ya que el campo no es suficiente como para inducir una dirección determinada.

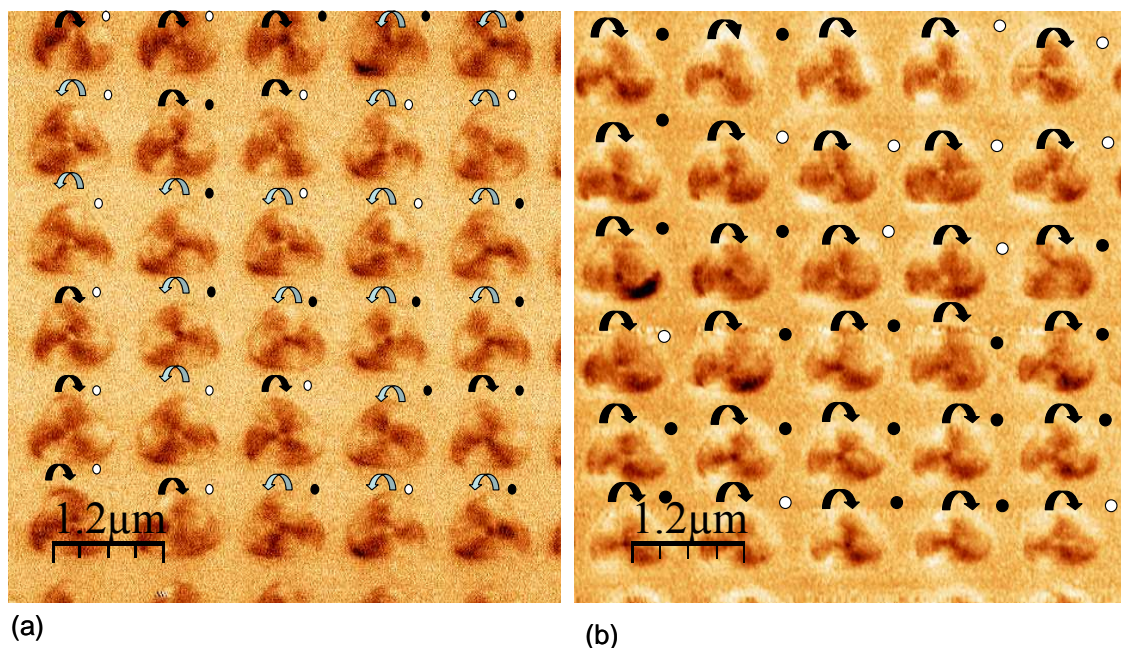


Figura 6.14 (a) Imagen de MFM en remanencia tras desimantar la muestra. En este caso tanto la quiralidad como la polaridad de los vórtices es aleatoria. (a) Imagen de MFM en remanencia tras aplicar un campo en el plano en la dirección $-x$ *in situ* de tal forma que se ha impuesto a todas las estructuras una quiralidad determinada, en este caso en el sentido de las agujas del reloj. Ambas imágenes se corresponden con la misma zona de la muestra. Tamaño de las imágenes $6 \mu\text{m} \times 6 \mu\text{m}$.

Si mediante el VF- MFM el campo se aplica en la dirección $+x$ y se mira el estado final en remanencia, se comprueba que, de nuevo, la quiralidad queda determinada por la dirección de saturación teniendo en este caso sentido de giro anti- horario como se muestra en la Figura 6.15.a. De nuevo la polaridad del vórtice es aleatoria apareciendo con la imanación tanto hacia arriba como hacia abajo. Ahora bien, si en combinación con alguna de las dos situaciones anteriores (tras saturar en la dirección $\pm x$ en el plano) se aplica un campo fuera de plano en ese caso la polaridad del *core* quedaría también totalmente determinada, como se muestra en la imagen de MFM de la Figura 6.15.b. tomada en remanencia. En este caso la quiralidad impuesta por el campo en el plano es en sentido horario y la polaridad del vórtice hacia abajo. Nótese que esta configuración sería la menos favorable teniendo en cuenta que el campo de la punta intentaría poner la imanación de los núcleos en sentido opuesto, con contraste oscuro.

Por lo tanto, hemos demostrado como con el VF- MFM somos capaces no sólo de identificar las cuatro configuraciones energéticamente equivalentes en este tipo de

nanoimanes sino que también con la ayuda de aplicar campos magnéticos *in situ* es posible controlar los estados magnéticos de las nanoestructuras. Estos resultados están en perfecto acuerdo con los obtenidos mediante simulaciones micromagnéticas.

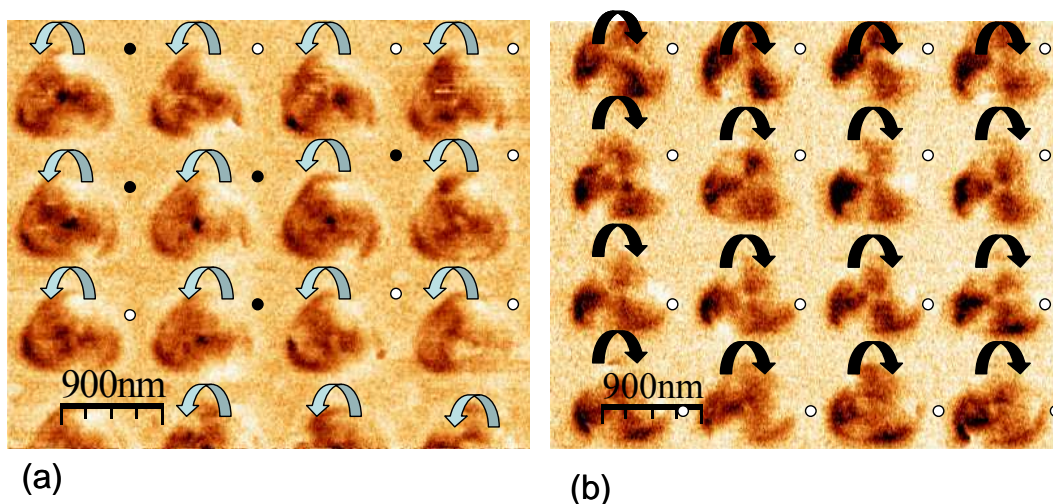


Figura 6.15 Imágenes de MFM en remanencia tras (a) aplicar un campo *in situ* en el plano de la muestra en sentido $+x$ para imponer a las estructuras quiralidad anti-horaria. En este caso las polaridades pueden ser positivas o negativas indistintamente; (b) aplicar un campo *in situ* en el plano de la muestra en sentido $-x$ para imponer a las estructuras quiralidad horaria. Si a esta situación se le aplica además un campo fuera de plano también se determina la polaridad del vórtice (todos con contraste claro) Tamaño de las imágenes $4.5 \mu\text{m} \times 3.7 \mu\text{m}$

6.6- Conclusiones

En resumen, en este capítulo se han estudiado nanoestructuras magnéticas con diferentes geometrías y se ha visto como este factor influye en sus propiedades magnéticas. Este tipo de estructuras tienen una creciente importancia desde un punto de vista tecnológico, por lo que es fundamental comprender la física intrínseca en ellas.

Los procesos de imanación se han estudiado experimentalmente mediante VF- MFM, que se muestra como una poderosa herramienta para el estudio de este tipo de muestras. Además se ha completado el estudio con simulaciones micromagnéticas

La estructura de dominios viene determinada por la forma geométrica de cada elemento. Se han identificado los diferentes estados posibles en cada una de las geometrías en función de la polaridad del núcleo de los vórtices y de la quiralidad.

Cabe mencionar el especial interés de la geometría triangular por la ruptura de la simetría donde se ha demostrado la posibilidad de identificar las distintas configuraciones mediante MFM y controlar la quiralidad de las nanoestructuras

aplicando campos magnéticos *in situ* en determinadas direcciones así como la influencia del sentido de giro en los procesos de imanación.

Artículos publicados relacionados con este capítulo:

- “Imaging magnetic domains in Ni nanostructures”

A. Asenjo, M. Jaafar, E.M. González, J.I. Martín, M. Vázquez, J.L. Vicent, *J. Magn. Mater.* **310** (2007) e 936

- “Reversible rectification of vortex motion in magnetic and non-magnetic asymmetric pinning potentials”

E.M. González, M. P González, N.O. Nuñez, J.E. Villegas, J. V. Anguita, M. Jaafar, A. Asenjo, J.L. Vicent *Physica C* **437** (2006),. 77.

- “Field induced vortex dynamics in magnetic Ni nanotriangles”

M. Jaafar, R.Yanes, A. Asenjo, O. Chubykalo-Fesenko, M. Vázquez, E.M González, J.L. Vicent *Nanotechnology* **19**, 28 (2008) 285717

- “Control of the magnetic vortex chirality and polartity in triangular nanodots”

M. Jaafar, R.Yanes, O. Chubykalo-Fesenko A. Asenjo, M. Vázquez, E.M González, J.L. Vicent, enviado

6.7- Referencias

- [Atkinson 03] D. Atkinson, D. A. Allwood, G. Xiong, M. D. Cooke, C. C. Faulkner, R. P. Cowburn *Nature Materials* **2** (2003) 85-87
- [Buchanan 05] K. S. Buchanan, K. Yu. Guslienko, S.-B. Choe, A. Doran, A. Scholl, S. D. Bader, V. Novosad *J. Appl. Phys.* **97** (2005) 10H503
- [Chien 07] C.L. Chien, F.Q. Zhu, J.-G. Zhu, *Physics today* (2007) 40-45
- [Choe 04] S.-B. Choe, Y. Acremann, A. Scholl, A. Bauer, A. Doran, J. Stöhr, H. A. Padmore *Science* **304** (2004) 420
- [Costa – Kramer 00] J. L. Costa-Krämer, J. I. Martín, J. L. Menéndez, A. Cebollada, J. V. Anguita, F. Briones, J.L. Vicent *Appl. Phys. Lett.* **76** (2000), 3091
- [Cowburn 99] R.P. Cowburn, D.K. Koltsov, A.O. Adeyeye, M.E. Welland, D.M. Tricker, *Phys. Rev. Lett.* **83** (1999) 1042.
- [Cowburn 00] R. P. Cowburn *J. Phys. D: Appl. Phys.* **33** (2000) R1-16
- [Gaididei] Y. Gaididei, D.D. Sheka, F.G. Mertens *Appl. Phys Lett.* **92** (2008) 012503
- [García- Martín 01] J.M. García, A. Thiaville, J. Miltat, K.J. Kirk, J.N. Chapman, F. Alouges, *Appl. Phys. Lett.* **79** (2001) 656
- [García- Martín 04] J.M. García, A. Thiaville, J. Miltat, T Okuno, L Vila, L Piraux. *J.Phys. D: Apl.Phys* **37** (2004) 965-972
- [Gómez 99] R.D. Gómez, T.V. Luu, A.O. Pak, K.J. Kira, J.N. Chapman *J. Appl. Phys.* **85**, 8, (1999) 6163
- [Goolaup 06] S. Goolaup, A. O. Adeyeye, N. Singh *Phys. Rev. B* **73**, (2006) 104444
- [Gusilenko 01]: K.Y. Gusilenko, V. Novosad, Y. Otani, H. Shima, K. Fukamichi. *Phys. Rev. B.* **65** (2001) 024414
- [Ha 03] K. Ha, R. Herte, J. Kirschner *Europhys. Lett.*, **64** (6), (2003) 810-815
- [Jaque 02] D. Jaque, J. I. Martín, G. Armelles, J. L. Costa, F. Briones, J.L. Vicent *J. Appl. Phys.* **91** (2002) 382
- [Konoto 08] M. Konoto, T. Yamada, K. Koike, H. Akoh, T. Arima, Y. Tokura, *J. Appl. Phys* **103**, (2008) 023904
- [López – Urías 05] F. López-Urías, J. J. Torres-Heredia, E. Muñoz-Sandoval *J. Magn. Magn. Mater.* **294** (2005) e7-12
- [Magpar] : <http://magnet.atp.tuwien.ac.at/scholz/magpar/>
- [Martin 98] J. I. Martin, Y. Jaccard, A. Hoffmann, J. Nogues, J. M. George, J. L. Vicent, I. K. Schuller *J. Appl. Phys.* **84** (1998) 411
- [Martín 03] J. I. Martin, J. Nogues, K. Liu, J. L. Vicent, I. K. Schuller *J. Magn. Magn. Mat.* **256** (2003) 449

- [Moriya 08] R. Moriya, L. Thomas, M. Hayashi, Y.B. Bazaliy, C. Rettner, S. S. P. Parkin *Nature physics* **4** (2008) 368-372
- [Nakatani 02]: R. Nakatani, N. Takahashi, T. Yoshida, M. Yamamoto. *Jpn. J. Appl. Phys.* **41** (2002) 7359- 7366
- [Okuno 02]: T. Okuno, K. Shigeto, T. Onu, K. Mibu, T. Shinjo *J. Magn. Magn. Mater.* **240** (2002) 1-6
- [Parkin 08] S. S. P. Parkin, M. Hayashi, L. Thomas *Science* (2008) 320
- [Pokhil 00] T. Pokhil, D. Song, J. Nowak *J. Appl. Phys.* **87** (2000) 6319
- [Prejbeanu 02] I. L. Prejbeanu, M. Natali, L. D. Buda and U. Ebels, A. Lebib, Y. Chen, K. Ounadjela, *J. Appl. Phys.* **91**, 10 (2002) 7343
- [Prinz 98] G.A. Prinz, *Science* **282** (1998) 1660.
- [Sáenz 87] J.J. Sáenz, N. García, P. Grütter, E. Meyer, H. Heinzelmann, R. Wiesendanger, L. Rosenthaler, H.R. Hidber, H.J. Güntherodt, *J. Appl. Phys.* **62** (1987) p. 4293
- [Shi 00]: J. Shi, S. Tehrani, M. R. Scheinfein *Appl. Phys. Lett.* **76**, 18 (2000) 2588
- [Shinjo 00] T. Shinjo, T. Okuno, R. Hassdorf, K. Shigeto, and T. Ono, *Science* **289**, (2000), 930
- [Thomson 06]: T. Thomson, G. Hu, and B. D. Terris, *Phys. Rev. Lett.* **96**, (2006) 257204
- [Van Waeyenberge 06]: B. Van Waeyenberge, A. Puzic, H. Stoll, K. W. Chou, T. Tylliszczak, R. Hertel, M. Fähnle, H. Brück, K. Rott, G. Reiss, I. Neudecker, D. Weiss, C. H. Back, G. Schütz *Nature* **444**, (2006) 461
- [Villegas 03] J. E. Villegas, S. Savel'ev, F. Nori, E. M. González, J. V. Anguita, R. García, J. L. Vicent, *Science* **302** (2003) 1188-1191
- [Wachowiak 02]: A. Wachowiak, J. Wiebe, M. Bode, O. Pietzsch, M. Morgenstern, R. Wiesendanger *Science* **298** (2002) 577
- [Wolf 01] S. A. Wolf, D. D. Awschalom, R. A. Buhrman, J. M. Daughton, S. von Molnar, M. L. Roukes, A. Y. Chtchelkanova, D. M. Treger, *Science* **294**, 1488 (2001);

7- Conclusiones. Nuevas líneas de trabajo.

7.1- Conclusiones finales

7.2- Nuevas líneas de investigación abiertas

7.2.1 Disipación de origen magnético mediante MFM.

7.2.2 Otros proyectos

7.3- Referencias

7.1- Conclusiones finales

Este trabajo se ha centrado en el desarrollo y puesta a punto de un Microscopio de Fuerzas Magnéticas trabajando bajo campos aplicados *in situ* y su aplicación en estudios de procesos de imanación en la nanoescala. Las conclusiones más importantes son:

- Se ha puesto a punto un sistema VF- MFM capaz de funcionar con campos continuos en dos direcciones, axial y en el plano de las muestras, hasta 0.08 T y 0.02 T respectivamente,. Se ha alcanzado una alta estabilidad mecánica y térmica que permite el estudio de nanoestructuras con gran precisión. La capacidad de aplicar campos de forma controlada nos da la posibilidad del empleo de los modos 3D para hacer medidas de ciclos de histéresis locales. Este sistema es en la actualidad el único que existe en España.
- Se han caracterizado *in situ* las propiedades magnéticas de los recubrimientos de diferentes puntas comerciales, centrándonos en la parte de material magnético involucrada en el proceso de formación de imágenes.
- Se han fabricado recubrimientos magnéticos para puntas mediante un sistema de *sputtering* de manera que se puede obtener un amplio rango de campos coercitivos y campos de fuga en función de los parámetros de deposición. De esta forma, se pueden optimizar dichos valores para su posterior aplicación en experimentos con campos aplicados y muestras magnéticamente blandas.
- Se han estudiado procesos de imanación de distintos sistemas magnéticos con el VF- MFM demostrando el potencial de esta técnica: procesos de nucleación y desplazamiento de paredes, *curling* o estados de vórtice.
 - Láminas delgadas de FePt irradiadas:. En este capítulo se ha combinado el empleo del MFM con otras técnicas como el VSM y el MOKE para un estudio completo de las modificaciones inducidas por la irradiación selectiva con iones de alta energía en láminas delgadas de FePt. Se ha visto como los cambios más significativos se producen tras la irradiación

con iones Cl y se han estudiado las variaciones en función del tamaño de máscara y dosis de la irradiación. Cabe destacar los cambios introducidos en las zonas sin irradiar, que han modificado a su vez sus propiedades magnéticas debido a la interacción con las zonas modificadas, creándose direcciones preferentes de imanación.

- Nanohilos magnéticos: Se ha estudiado un ejemplo de sistemas unidimensionales con anisotropía perpendicular. Se han analizado las diferencias en los procesos de imanación en función del diámetro de los hilos con MFM con campo aplicado. Gracias a esta técnica se ha podido reconstruir el ciclo de histéresis de la muestra a nivel local, así como estudiar la distribución de campos coercitivos. Mediante los modos 3D además hemos sido capaces de medir el ciclo de histéresis de nanohilos individuales para el caso de los hilos de 180 nm de diámetro. Gracias a la combinación del campo aplicado *in situ* y los campos que crean las puntas magnéticas podemos modificar los hilos a nivel local, mediante procesos de nanolitografía magnética.
- Nanoestructuras de Ni. Se han identificado las propiedades magnéticas en nanoestructuras de Ni fabricadas por litografía con distinta geometría, círculos, cuadrados y triángulos. Se ha hecho un estudio con campo aplicado *in situ* en combinación con simulaciones micromagnéticas. Se han visualizado estados de vórtice. En el caso de los triángulos se han identificado los cuatro estados equivalentes en función de la *quiralidad* y de la *polaridad*. Mediante la aplicación de campos magnéticos hemos sido capaces de controlar además dichos estados.

7.2- Nuevas líneas de investigación abiertas

Además de los trabajos presentados en esta tesis, se ha comenzado una nueva línea de investigación basada en el estudio de procesos disipativos mediante el MFM que como se introducirá a continuación. Por último se mencionaran otros proyectos de futuro.

7.2.1 Disipación de origen magnético mediante MFM.

Como hemos ido analizando a lo largo de los capítulos de esta tesis, en las últimas décadas, los avances en fabricación y técnicas de caracterización han permitido estudiar el comportamiento magnético de sistemas de baja dimensionalidad incluso con la sensibilidad de unos pocos spines. La importancia de estos estudios está basada en los nuevos fenómenos presentes por las reducidas dimensiones de estas estructuras siendo posible su empleo en dispositivos de almacenamiento magnético, sensores, etc. En este trabajo, se están estudiando procesos de pérdidas de energía asociadas a la perturbación del estado de los spines del final de la punta.

En una primera aproximación, asumiendo que el estado magnético de la punta y de la muestra permanece inalterado, el MFM es sensible a la acumulación de polos magnéticos en superficie. Esta premisa hace del MFM una herramienta muy potente para la caracterización de nanoestructuras magnéticas con alta resolución. Pero, es importante destacar que en el proceso de formación de imágenes con MFM los campos de fuga (*stray fields*) de la punta o de la muestra pueden, en ocasiones, influirse mutuamente para alterar los estados magnéticos. Más aún, en el modo dinámico debido a la oscilación de la punta cerca de la superficie de la muestra, el campo de fuga de la punta en una posición dada de la muestra (y viceversa) oscila periódicamente.

Debido al comportamiento histerético de los materiales magnéticos cierta cantidad de energía puede ser disipada durante la adquisición de la imagen [Grütter 97], [Liu 97], [Roseman 02], [Schäffer 03].

En particular, en este trabajo se están estudiando las pérdidas de energía debido a la interacción magnética en una muestra de multicapas de CoNi y una punta magnética. Para distinguir los efectos disipativos de otros fenómenos la disipación de energía debe ser evaluada en función de distintos parámetros: distancia punta – muestra, humedad

relativa, bajo campos magnéticos externos, recubrimientos magnéticos diferentes de las puntas o distintas propiedades magnéticas de las muestras.

Los resultados experimentales obtenidos se van a completar con los cálculos micro-magnéticos realizados por el grupo del Prof. Juan José Sáez de la UAM, Pedro García Mochales y Enrique Sahagún.

i) Muestra empleada. Descripción del Experimento

La muestra empleada está formada por multicapas de CoNi que presentan una alta anisotropía perpendicular con la imanación apuntando hacia arriba o abajo. El tamaño promedio de cada dominio es de unos 200 nm. Estas muestras se conocen como CAMST y surgen como muestras patrón para comparar los resultados obtenidos con distintos microscopios de fuerzas magnéticas [Abelman 98]. En nuestro experimento en particular se empleará la muestra tipo CAMST III que consta de 40 bicapas de Co₅₀Ni₅₀/Pt con un grosor estimado de 0.55 nm para las monocapas de CoNi y de 1.2 nm para las de Pt. Además de los datos suministrados por el trabajo de Abelmann y colaboradores, la muestra se ha estudiado mediante VSM, dando un campo coercitivo en su eje fácil (fuera de plano) de 250 mT. Con microscopía de fuerzas se ha caracterizado la topografía de la muestra, observándose una superficie granulada con baja rugosidad mientras que la señal magnética ofrece contraste claro oscuro que se corresponde con la imanación apuntando hacia arriba o hacia abajo.

El campo de fuga de la muestra, en este caso, va a ser importante, dado que será el involucrado en los procesos disipativos que experimenta el sistema.

Se van a presentar los resultados obtenidos con una punta comercial de tipo Nanosensors PPP- MFMR recubierta con una capa de 40 nm de CoCr cuyo campo coercitivo estimado está en torno a 35 mT. Previamente se saturarán *ex situ* con un campo de 1T en la dirección axial.

Una de las contribuciones de la disipación en el AFM en general independientemente de la punta y la muestra empleadas, puede ser la creación y ruptura de meniscos de agua entre ambas [Sahagun 07]. En el experimento que se va a presentar aquí, se quiere estudiar únicamente la disipación de origen magnético en función de la distancia, por lo que se trabajará a humedades bajas (por debajo de un 5%).

ii) Cálculo de la potencia disipada

Trabajaremos en modo no contacto con amplitudes de oscilación por debajo de 10 nm y con el *feedback* del PLL activado de modo que los cambios en amplitud y los desplazamientos en frecuencia pueden ser registrados simultáneamente. En primer lugar se mide con el método habitual de dos pasadas o *retrace* en el cual, en el primer barrido se graban los canales de topografía, amplitud y desplazamiento en frecuencia (Δf) y luego se separa la punta una distancia dada (~ 35 nm) y se registra de nuevo las variaciones en amplitud y en el desplazamiento en frecuencia, debidas a las interacciones de largo alcance, como se resume en la Figura 7.1

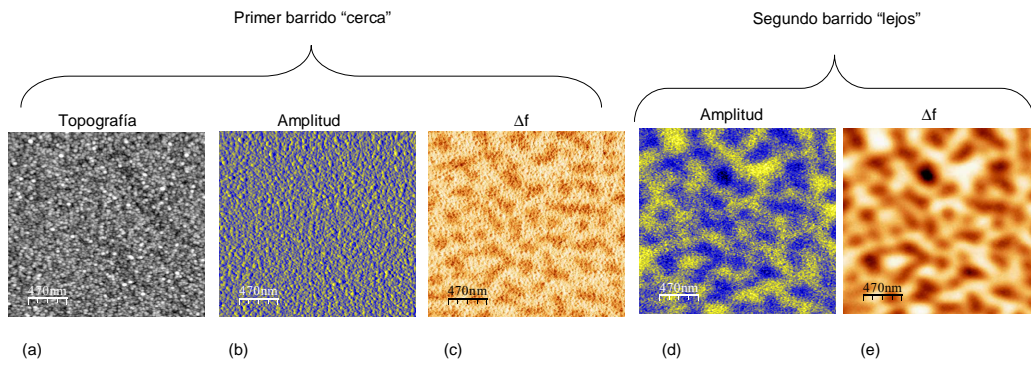


Figura 7.1 (a) Topografía, (b) amplitud y (c) desplazamiento en frecuencia, Δf , obtenidos a pocos nanómetros de la superficie. (d) Amplitud y (e) Δf medidos a 35 nm de la superficie.

Con los datos presentados en la Figura 7.1, la potencia promedio disipada en un ciclo completo puede ser calculada usando la fórmula descrita por [Proksch 99]:

$$P_{dis} = \frac{k\omega_0}{2Q} \left(A_{piezo} A \sin \varphi - A^2 \frac{\omega}{\omega_0} \right) \quad (7.1)$$

donde k es la constante de fuerzas, ω_0 es la frecuencia natural de la micropalanca, ω es la frecuencia de trabajo, Q , el factor de calidad, φ , la fase, A , la amplitud y A_{piezo} la oscilación de excitación.

Nuestro sistema trabajará bajo dos sistemas de retroalimentación. El primer *feedback* modulará la amplitud de oscilación, alejando o acercándose a la posición de equilibrio del *cantilever* respecto a la muestra. El segundo *feedback* (PLL) es más rápido que el primero y cambia la frecuencia de tal modo que el sistema siempre trabaje en la frecuencia de resonancia. En tal caso se cumple que $\varphi = \pi/2$ y la potencia se puede reescribir como:

$$P_{dis} = \frac{k\omega_0}{2Q} \left(A_0 A(z) - A(z)^2 \frac{\omega(z)}{\omega_0} \right) \quad (7.2)$$

Nótese que el *feedback* del PLL no afecta la validez de las expresiones (7.1) y (7.2) de ninguna manera: si la punta no pierde energía, es decir, tenemos interacción conservativa entre punta y muestra, en ese caso la amplitud y la fase no son independientes.

Empleando la expresión (7.2) con la dependencia de A y ω mostrada, podemos operar con las imágenes adquiridas (Figura 7.1) y obtener los mapas de potencia disipada que se muestran en la Figura 7.2. La imagen correspondiente a la energía disipada en la Figura 7.2.a es debida a la interacción *Van der Waals* mientras que el mapa obtenido en la Figura 7.2.b se corresponde con disipación magnética.

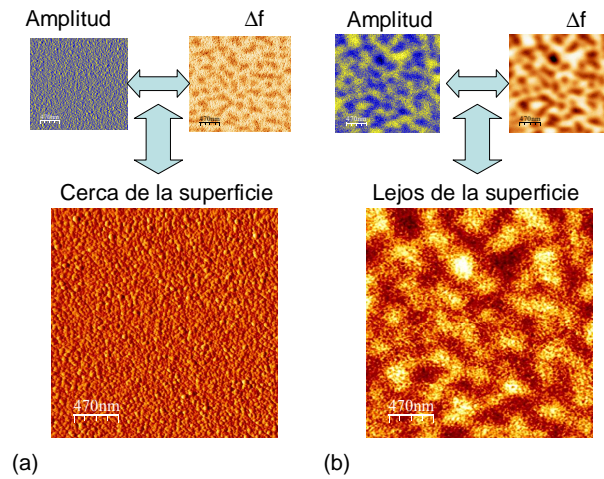


Figura 7.2 Imágenes calculadas de la energía disipada a dos distancias punta- muestra: (a) cerca de la superficie, a unos 5 nm; (b) lejos de la superficie, a unos 35 nm.

Para tener un rango de medidas que permitan una mayor precisión en estos resultados se han empleado también los modos 3D. En este caso, para obtener la imagen 3D se detiene el barrido en una línea de la superficie (eje rápido, barrido en XY) y se varía la distancia punta -muestra (eje lento, distancia Z). Como es habitual, se pueden registrar simultáneamente diferentes canales y operar con ellos. En este caso, mostramos los canales de desplazamiento en frecuencia y amplitud (Figura 7.3.a y b) con sus perfiles correspondientes. Si se emplea la expresión (7.2) y se opera con las imágenes 3D se obtiene el mapa de disipación en función de la distancia punta - muestra (Figura 7.3.c).

Como se distingue en la Figura 7.3.c, la imagen calculada de la potencia disipada presenta una clara diferencia de contraste entre los dominios con imanación paralela o

antiparalela a la de la punta. Se observa como la disipación debida a los dominios con contraste oscuro en la imagen de Δf , es decir con la imanación paralela a la de la punta, decrece con la distancia mientras que para los dominios con imanación anti -paralela (contraste claro) las pérdidas energéticas son mayores

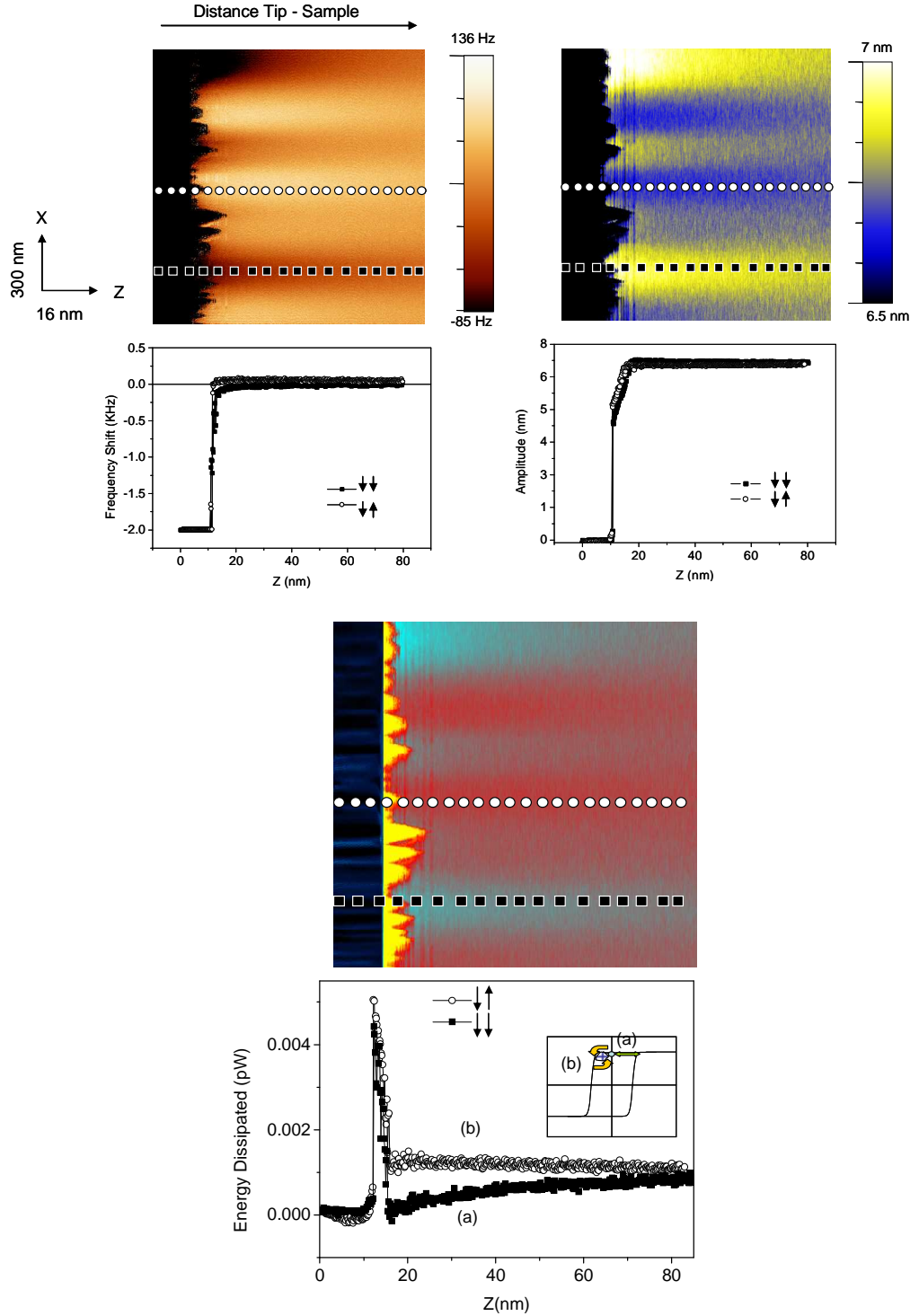


Figura 7.3- Imágenes adquiridas mediante la realización de los modos 3D del desplazamiento en frecuencia y la amplitud con sus perfiles correspondientes. Operando con ambos canales se puede obtener la imagen de potencia disipada en función de la distancia.

Este comportamiento es debido a las propiedades histeréticas del material magnético de la punta. El campo coercitivo de la muestra es mayor que el campo crítico del volumen final de la punta involucrado en el proceso de formación de las imágenes. Además el campo que crea la muestra (*stray field*) en este caso es suficientemente grande como para modificar el estado de un pequeño elemento de volumen del recubrimiento magnético de la punta.

El *stray field* de la muestra se convierte en un campo alterno efectivo sobre la punta debido a la oscilación de la misma. Este campo efectivo decrece con la distancia entre ambas. Además, el sentido de este campo es opuesto cuando la punta se sitúa sobre un dominio claro u oscuro. A consecuencia de esto, la parte final de la punta está sometida a ciclos menores con sus correspondientes pérdidas de energía. Dado que estos ciclos no son simétricos, la energía disipada depende de la configuración de dominios relativa entre punta y muestra.

Los resultados experimentales se han comparado con simulaciones micromagnéticas realizadas por el Dr. P. García Mochales. Se ha apreciado una buena concordancia entre ambos.

Actualmente se está trabajando en el modelo teórico. En un futuro se quiere repetir este tipo de experimentos en función de los otros parámetros anteriormente mencionados, haciendo especial hincapié a experimentos con campo aplicado y variando las características tanto del recubrimiento magnético de las puntas como de las muestras.

7.2.2 Otros proyectos

Además de los estudios de procesos disipativos mediante MFM, quedan otras líneas de investigación abiertas.

i) Propiedades de transporte

En primer lugar se quieren medir propiedades de transporte con microscopía de fuerzas. El empleo del SPM como herramienta para este tipo de medidas está extendido en la actualidad [Gómez - Navarro 05], [Urbina 03], [Mourachkine 08].

En nuestro caso se quieren hacer estudios en nanohilos magnéticos tanto de forma individual como embebidos en membranas de alúmina porosa bajo campos magnéticos aplicados *in situ*.

En general, este tipo de experimentos se hacen situando los hilos con unos contactos en la muestra [Vila 02] pero nuestro objetivo es emplear la propia punta del MFM como

electrodo y, gracias a la puesta a punto del sistema de aplicación de campos magnéticos de forma continua y controlada será posible la realización de curvas I/V a distintos valores de campo aplicado.

En la Figura 7.4 se muestra una idea del montaje experimental a llevar a cabo.

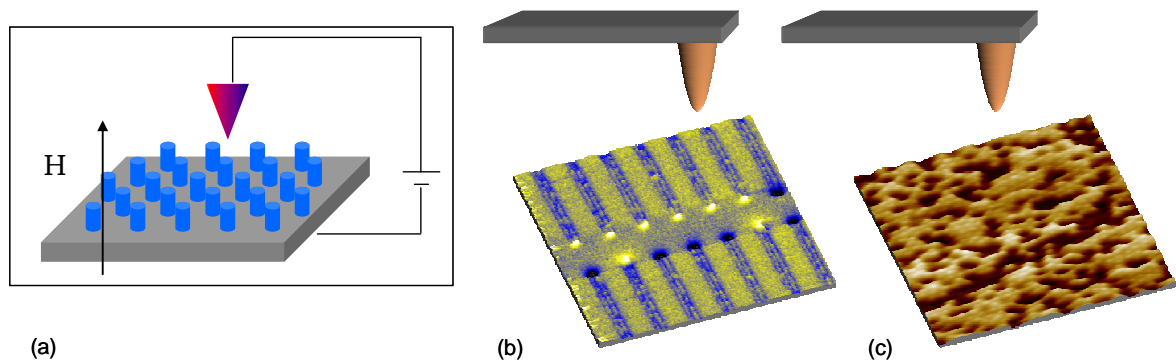


Figura 7.4- Esquema del posible montaje experimental. Idea de medidas en sistemas de nanohilos (b) aislados; (c) embebidos en membrana de alúmina.

ii) MFM en alto vacío.

Por otra parte, una vez optimizado el sistema para medir en aire, se quiere dar un paso más y queremos diseñar y construir un MFM con campo aplicado y temperatura variable en alto vacío. El interés de este proyecto está motivado por el aumento de sensibilidad que se consigue en estas condiciones, lo que permitirá estudiar muestras que al aire no tienen momento magnético suficiente como para ser detectadas [Yamaoka 05], [Zhong 08]

Además, al poder controlar la temperatura desde Nitrógeno líquido vamos a tener accesibles cambios de estado en materiales magnéticos así como la posibilidad de estudiar materiales cuya temperatura de Curie esté por debajo de temperatura ambiente.

Los procesos disipativos también serán estudiados, teniendo en cuenta el aumento de la sensibilidad debido al incremento en el factor de calidad.

En combinación con medidas de Kelvin Probe Microscopy estaremos además en condiciones de compensar y evaluar la contribución electrostática

7.3- Referencias

- [Abelman 98]. L. Abelman, S. Porthun, M. Haast, C.Lodder, A.Moser,M. E. Best, P. J.A. Van Schendel, B. Stiefel, H. J. Hug, G. P. Heydon, A. Farley, S. R. Hoon, T. Pfaffelhuber,R. Proksch, K. Babcock *J. Magn. Mag. Mat.* **190** (1998) 135D147
- [Gómez – Navarro 05] C. Gómez-Navarro, P. J. De Pablo, J. Gómez-Herrero, B. Biel, F. J. Garcia-Vidal, A. Rubio,F. Flores, *Nature Materials* **4** (2005) 534
- [Grütter 97] P. Grütter, Y. Liu, P. LeBlanc, U. Dürig, *Appl. Phys. Lett.* **71** (2) (1997) 279
- [Liu 97] Y. Liu, B. Ellman, P. Grütter, *Appl. Phys. Lett.* **71** (10) (1997) 1418
- [Mourachkine 08] A. Mourachkine, O.V. Yazyev, C. Ducati, J.-Ph. Ansermet, *Nano Lett.* **8** (11) (2008) 3683
- [Proksch 99] R. Proksch, K. Babcock, J. Cleveland, *Appl. Phys. Lett.*, **74** (3) (1999) 419-421
- [Roseman 02]M. Roseman, P. Grütter, *Appl. Surf. Science* **188** (2002) 416-420
- [Sahagun 07] E. Sahagún, P. García-Mochales, G.M. Sacha, J.J. Sáenz, *Physl Rev. Lett* **98** (2007) 176106
- [Schäffer 03] T. E. Schäffer, M. Radmacher, R. Proksch, *J. Appl. Phys.* **94** (10) (2003) 6525
- [Urbina 03] A. Urbina, I. Echeverría, A. Pérez-Garrido, A. Díaz-Sánchez, J. Abellán, *Phys. Rev. Lett.* **90** (10) (2003) 106603
- [Vila 02] L. Vila, J. M. George, G. Faini, A. Popa, U. Ebels, K. Ounadjela, L. Piraux, *IEEE Trans.on Magn.* **38** (5) (2002)
- [Yamaoka 05] T. Yamaoka, K. Watanabe, Y. Shirakawabe, K. Chinone, E. Saitoh, M. Tanaka, H. Miyajima, *IEEE Trans.on Magn.* **41** (10) (2005) 3733
- [Zhong 08] H. Zhong, G. Tarrach, P. Wu, A. Drechsler,D. Wei, J Yuan, *Nanotechnology* **19** (2008) 095703

APÉNDICE 1: TÉCNICAS EXPERIMENTALES

- **Magnetómetro de muestra vibrante (VSM)**

Las medidas de los ciclos de histéresis de la mayoría de las muestras a temperatura ambiente se han realizado en el Magnetómetro de Muestra Vibrante (VSM, Vibrating Sample Magnetometer) del Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid.

Es un dispositivo que permite obtener el momento magnético de una muestra a través de la medida del campo de cierre creado por la misma. Es una técnica de magnetometría inductiva.

El equipo utilizado es el modelo 155 de la marca EG&G Princeton Applied Research, que nos permite medir momentos magnéticos a partir de 10^{-4} emu.

Muy esquemáticamente, el funcionamiento del equipo es el siguiente. La muestra se coloca entre unas bobinas captadoras y se la hace vibrar verticalmente a una frecuencia fija. La muestra, imanada por efecto del campo magnético aplicado, induce al vibrar un voltaje en el sistema de bobinados secundarios. Esa señal se amplifica y se compara con la obtenida en condiciones similares proveniente del imán de referencia. Finalmente el voltaje que se obtiene a la salida es proporcional al momento magnético de la muestra.

- **Microscopio de Efecto Kerr (MOKE)**

Las medidas de ciclos de histéresis de superficie así como la visualización a escala micrométrica de los procesos de inversión de la imanación presentados en el *Capítulo 4* han sido realizadas mediante el equipo de Microscopía de Efecto Kerr del IFW en Dresden, Alemania.

El fundamento del efecto Kerr consiste en que al reflejarse luz linealmente polarizada por un material imanado, rota el plano de polarización. Ello ocurre porque los índices de refracción de la luz polarizada circularmente a derecha y a izquierda son diferentes en función de la dirección de la imanación. El ángulo de rotación producido por un material ferromagnético es generalmente de aprox. 10^{-3} - 10^{-2} grados, aunque se han observado ángulos mucho mayores en aleaciones de Tb Fe-Co (un grado) y en compuestos de uranio (nueve grados). El ángulo de rotación es mayor cuando se incrementa el ángulo de incidencia. A partir del cambio de la intensidad Kerr

(proporcional a la rotación Kerr y a la magnetización de la muestra) se construye la curva de histéresis en función del campo aplicado. Para una revisión completa se puede acudir al libro [Hubert 98]*.



Figura i- Fotografía del sistema empleado (IFW- Dresden)

- **Sistema de *sputtering***

La preparación de recubrimientos magnéticos para las puntas descritas en el *Capítulo 3* se ha llevado a cabo mediante el sistema de *sputtering* puesto a punto en el grupo de Nanomagnetismo y Materiales Magnéticos del ICMN.

El *Sputtering* es uno de los métodos para la deposición de láminas delgadas más empleados en la actualidad, gracias a la versatilidad y flexibilidad de la técnica y posibilidades de personalización que ésta ofrece. Bajo la palabra *sputtering* se engloban un gran número de técnicas, que van desde la simple descarga dc en materiales conductores al más sofisticado de los magnetrones de *sputtering* funcionando en rf. En todas ellas, el fundamento es siempre el mismo: se bombardea la superficie del blanco que se desea evaporar con iones de gas muy energéticos, de tal modo que estos transmitan su energía a los átomos del blanco que, de esta manera, es pulverizado. Los átomos así arrancados pueden después depositarse sobre un sustrato para formar láminas delgadas o recubrimientos.

Para más información sobre esta técnica se puede acudir por ejemplo a [Wasa 92][†].

*[Hubert 98]A. Hubert, R. Schäfer “Magnetic Domains” Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1998

[†] [Wasa 92] Kiyotaka Wasa, *Handbook of Sputter Deposition Technology*, ed Noyes Publications (1992)

